ORSAY
n° d'ordre : 299

UNIVERSITE DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

THESE

présentée

Pour obtenir

Le titre de DOCTEUR Ingénieur

PAR

Monsieur ABOU AL NAAJ Saïd

SUJET : Affichage d'images sur écran matriciel à cristaux liquides commandé électriquement.

soutenue le 2 juillet 1976 devant la Commission d'examen

MM. CASTAGNE Président

MARTINET

HARENG

ROBIN-CHAMPIGNEUL

ORSAY
n° d'ordre : 299

UNIVERSITE DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

THESE

présentée

Pour obtenir

Le titre de DOCTEUR Ingénieur

PAR

Monsieur ABOU AL NAAJ Saïd

SUJET : Affichage d'images sur écran matriciel à cristaux liquides commandé électriquement.

soutenue le 2 juillet 1976 devant la Commission d'examen

MM. CASTAGNE Président

MARTINET

HARENG

ROBIN-CHAMPIGNEUL

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

A Abdel madjīd et Zahra, mes parents

A Léïla, ma femme

A Hanadi et Hanène, mes enfants

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548104_0017

Remerciements

-/-

Ce travail a été réalisé au Centre National d'Etudes des Télécommunications, au Département de Traitement et Transmission d'Images.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur GRIVET qui a bien voulu accepter de diriger cette thèse.

Je tiens également à remercier Monsieur le Professeur CASTAGNE qui m'a fait l'honneur de présider le jury.

Je remercie particulièrement Monsieur le Professeur DURAND qui m'a conseillé et apporté ses critiques et commentaires.

Je remercie Monsieur RAOULT pour ses conseils et ses commentaires.

Je tiens tout spécialement à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur ROBIN-CHAMPIGNEUL qui m'a proposé le sujet de cette étude et qui m'a dirigé et conseillé quotidiennement.

Je suis reconnaissant à Monsieur LECLERCQ Chef de département de Traitement et Transmission d'Images de m'avoir accueilli et donné toutes facilités pour accomplir ce travail dans son département et qui a suivi avec beaucoup d'intérêt cette étude.

Toute ma gratitude va à Monsieur MENORET chef de groupe PEC/DEL qui m'a accueilli et donné toutes facilités dans ses laboratoires en vue de la fabrication de la totalité des échantillons utilisés.

Je tiens à remercier Monsieur LAPOSTOLLE de m'avoir donné l'occasion d'accomplir ce travail au C.N.E.T., et donné ses fructueux conseils.

Je remercie Monsieur BRIAND pour l'aide précieuse concernant la réalisation du système électronique de commande.

Je remercie chaleureusement tous ceux qui m'ont aidé, tant par leur collaboration effective que par des échanges de vues fructueux. Je citerai ici plus particulièrement Madame PUYCHEVRIER qui m'a conseillé et suivi au cours de la réalisation technique des échantillons, Madame CHARIL, Madame KUHNER, Monsieur COURBET pour leur précieuse assistance technique.

Enfin, je remercie MM. MARTINET et HARENG d'avoir bien voulu participer au jury et m'apporter leurs judicieuses critiques.

J'ose espérer que ceux qui ne sont pas cités ne m'en tiendront pas rigueur et je les prie de trouver ici mes remerciements.

La réalisation matérielle de cet exemplaire de thèse est due à :

- Mme GONZALES Odile
  pour la frappe du manuscrit.

- MM. AUBERY , MOSSON et SOENEN
  pour la coordination et la réalisation des figures et des dessins.

- Les services de l'Imprimerie du CNET
  pour la réalisation des planches de photos.
  et
  pour la mise en page et le tirage.

P L A N

de ce travail

-/-/-

Chapitre I — Introduction

I.1. Introduction

I.2. Motivations et buts de cette étude

Chapitre II — Rappels et notions fondamentales sur les cristaux liquides

II.1. Les différentes phases mésomorphes

II.2. Propriétés physiques des cristaux liquides

II.2.1. Ordre d'alignement moléculaire

II.2.2. Propriétés d'anisotropie

II.2.3. Elasticité

II.3. Effet du champ électrique et instabilité hydrodynamique sur les différentes structures.

II.3.1. Régime diélectrique

II.3.1.1. Les nématiques dans le régime diélectrique

II.3.1.1.1. Structure planaire (homogène) où $\varepsilon_a > 0$

II.3.1.1.2. Structure homéotrope où $\varepsilon_a < 0$

II.3.1.1.3. Nématique en hélice

II.3.1.2. Les cholestériques dans le régime diélectrique

II.3.1.2.1. Structure planaire et champ électrique parallèle à l'axe hélicoïdal $\vec{h}$.

II.3.1.2.2. Alignement homéotrope le long des parois et champ électrique $\vec{E}$ normal aux parois.

II.3.2. - Régime de l'instabilité hydrodynamique en présence d'un champ électrique.

II.3.2.1. Effets électrohydrodynamiques dans les nématiques

II.3.2.2. Effets électrohydrodynamiques dans les cholestériques.

Chapitre III — Techniques expérimentales

III.1. Description de la cellule de mesure

III.2. Méthodes d'orientation des phases mésomorphes

III.2.1. Orientation par frottement mécanique

III.2.2. Surfactants.

III.3. Cristaux liquides utilisés

III.3.1. Les phases nématiques

III.3.2. Les phases cholestériques

III.4. Appareillage utilisé dans la préparation des échantillons.

III.5. Banc de mesures optiques et système électronique de commande.

Chapitre IV Comportement des mélanges cholestériques-nématiques sous l'effet du champ électrique

IV.1. Introduction

IV.2. Résultats expérimentaux

IV.2.1. Comportement à basse fréquence : $f < f_c$

IV.2.1.1. Dans le cas de nématique

IV.2.1.2. Dans le cas du cholestérique d'un mélange cholestérique-nématique dont l'axe hélicoïdal est perpendiculaire aux parois (structure planaire

IV.2.1.3. Dans le cas d'un mélange cholestérique-nématique dont la structure est basculée ; l'alignement est homéotrope le long des parois.

IV.2.2. Comportement à haute fréquence : $f > f_c$

IV.2.2.1. Dans le cas du nématique homéotrope.

IV.2.2.2. Mélange cholestérique-nématique dont l'axe hélicoïdal est perpendiculaire aux parois.

IV.2.2.3. Mélange cholestérique-nématique dont l'axe hélicoïdal est basculé vers le sens parallèle aux parois.

IV.2.3. Dépendance de seuil en fonction de la fréquence.

IV.2.3.1. Dans le cas de nématique

IV.2.3.2. Dans le cas d'une structure cholestérique planaire

IV.2.3.3. Dans le cas du cholestérique basculé.

IV.2.4. Dépendance de seuil en fonction de la température.

IV.3. Discussion

IV.3.1. Le comportement à basse fréquence : $f < f_c$

IV.3.1.1. Dans le cas de nématique homéotrope.

IV.3.1.2. Dans le cas du mélange cholestérique-nématique dont la structure est planaire.

IV.3.1.3. Dans le cas du mélange cholestérique-nématique dont la structure est basculée.

IV.3.2. Le comportement à haute fréquence : $f > f_c$

IV.3.2.1. Dans le cas du nématique homéotrope

IV.3.2.2. Dans le cas du cholestérique planaire

IV.3.2.3. Dans le cas du cholestérique basculé.

IV.3.3. Dépendance de seuil en fonction de la fréquence.

IV.3.3.1. Tension-seuil en fonction de la fréquence dans le cas des nématiques.

IV.3.3.2. Tension-seuil en fonction de la fréquence, dans le cas du mélange cholestérique-nématique en configuration planaire.

IV.3.3.3. Tension-seuil en fonction de la fréquence dans le cas du mélange cholestérique-nématique en structure basculée.

IV.3.4. Dépendance de la tension-seuil en fonction de la température.

Chapitre V Effet mémoire

V.1. Introduction

V.2. Résultats expérimentaux

V.2.1. Le comportement du mélange cholestérique-nématique sous l'effet d'un champ électrique.

V.2.2. L'évolution de la structure cholestérique basculée initiale jusqu'à l'obtention de l'effet mémoire en fonction de la fréquence.

V.2.3. Dépendance de la concentration en cholestérique.

V.2.4. Dépendance de la tension.

V.2.5. Influence du temps d'excitation

V.2.6. Influence de la fréquence d'excitation

V.2.7. Influence de la température

V.2.8. Cumul des effets d'impulsions successives

V.2.9. Effacement et retour à l'état initial.

V.3. Comparaison entre les variations du niveau de diffusion statique en fonction de la tension pour la structure cholestérique basculée et la structure planaire.

V.4. Diagramme représentant le processus de l'effet mémoire.

V.5. Discussion sur l'effet mémoire

V.5.1. Temps de rémanence

V.5.2. La diffusion en fonction du pas

V.5.3. Influence du champ

V.5.4. Excitation par impulsions répétées

V.5.5. L'effacement

Chapitre VI — Réalisation d'une maquette comportant un écran à adressage matriciel de dimensions réduites et son système électronique de commande.

VI.1. Introduction

VI.2. Temps de réponse

VI.2.1. Temps de réponse dans les nématiques

VI.2.1.1. Temps de montée T_m

VI.2.1.2. Temps de descente

VI.2.1.3. Discussion sur les résultats

VI.2.1.4. Conclusion

VI.2.2. Temps de réponse dans les mélanges cholestériques-nématiques

VI.2.2.1. Temps de montée : alignement homéotrope.

VI.2.2.2. Temps de montée : structure planaire

VI.2.2.3. Temps de descente : cas du mélange cholestérique nématique.

VI.3. Dépendance du niveau de diffusion en fonction du temps d'excitation.

VI.4. Relation entre l'amplitude et la durée de l'impulsion d'excitation pour un niveau de diffusion donné.

VI.5. Méthode de mesures et caractérisation des performances.

VI.5.1. Le processus des mesures

VI.5.2. Résultats expérimentaux numériques

VI.6. La réalisation de la maquette finale

VI.6.1. Dispositif matriciel à cristal liquide

VI.6.2. Système électronique de commande

VI.7. Conclusion.

Chapitre VII — Conclusion générale

CHAPITRE I

INTRODUCTION

-/-/-

I. - INTRODUCTION

I.1. - Introduction

Les cristaux liquides, connus depuis près d'un siècle, puis retombés dans l'oubli, réapparaissent et se répandent rapidement aujourd'hui dans les nouvelles générations de systèmes de visualisation. Que sont ces cristaux liquides et quelles sont leurs propriétés utilisées en visualisation ?

Nombreuses sont les recherches sur les cristaux liquides depuis les observations préliminaires de Friedrich Rônitzer (1) sur les esters de cholestérol en 1888, il avait observé que le benzoate ne présentait pas un point de fusion net, mais deux transitions successives ; en partant de la phase solide et en élevant la température, on obtient d'abord à 145° C, une phase liquide d'aspect laiteux et opalescent ; puis à une température plus élevée (178° C) le liquide devient clair et transparent.

Le physicien O. Lehmann (2) montra en utilisant un microscope polarisant, que la phase intermédiaire renfermait des zones anisotropes tout en ayant les propriétés de fluidité des liquides, zones, et il donna à cette nouvelle phase le nom ambigü de "cristal fluide" et "cristal liquide". Ce nom suscita de nombreuses discussions de nomenclature et notamment la proposition de G. Friedel (3) qui voulut lui substituer l'expression de "substances mésomorphes".

Le nom "cristal liquide" est désormais consacré par l'usage et il est inscrit au vocabulaire scientifique, en particulier dans les pays anglo-saxons, mais les deux expressions peuvent être utilisées.

Les corps qui présentent cette structure mésomorphe sont des matériaux organiques, formés de molécules allongées ; aux températures croissantes, on observe successivement les transitions solide → état mésomorphe → liquide isotrope ; l'état mésomorphe possède à la fois certaines propriétés des cristaux (solides) et des liquides. Le nombre de cristaux liquides connus atteint quelques milliers à l'heure actuelle.

Selon la proprosition de G. Friedel (3) qui observa et expliqua ces phases intermédiaires, elles sont divisées conventiellement en trois classes :

- les smectiques, dont les molécules sont parallèles entre elles et forment des couches successives.

- les nématiques, dont les molécules sont également parallèles entre elles, mais dont les positions sont complètement désordonnées.

-les cholestériques analogues aux nématiques mais dans lesquels la direction des molécules varie de façon continue et régulière pour former une structure hélicoïdale.

La structure nématique peut être considérée comme un cas particulier de la structure cholestérique, dans laquelle la torsion serait nulle et le pas de l'hélice infini. La structure nématique est centro-symétrique tandis que la structure cholestérique ne l'est pas.

On observe souvent, lorsque la température croît, le passage par deux états mésomorphes successifs, le premier smectique, le second nématique ou cholestérique. Les températures de transition sont normalement élevées : $0 \leqslant \theta \leqslant 200^{\circ}$ C.

La phase mésomorphe a fait l'objet d'un nombre considérable d'études et nous citons G. Friedel et F. Grandjean qui ont utilisé le microscope prolarisant pour observer les propriétés précises de ces structures. C'est à F. Granjean (4) qu'on doit l'étude pour la première fois, des plans observés dans les cholestériques, dits plans de Grandjean. Plusieurs caractéristiques optiques et microscopiques ont été données par G. Friedel (3). Une étude élégante et détaillée de l'état mésomorphe est donnée par G.W. Gray (5).

Un certain nombre d'études furent menées pendant la 2ème guerre mondiale et aboutirent à quelques applications. Plus récemment une série d'articles furent publiés depuis 1962, portant essentiellement sur la perspective de nouvelles applications industrielles utilisant les cristaux liquides ; ces recherches furent couronnées de succès enfin en 1968, date à laquelle Heilmeier et ses collaborateurs (6) de RCA mirent en évidence pour la première fois un nouvel effet électro-optique dans les couches minces de cristaux liquides, dit diffusion dynamique (DSM) utilisable dans des dispositifs de visualisation.

Depuis, des effets électro-optiques nombreux ont été découverts et les champs d'application se sont élargis ; actuellement les principales recherches sont orientées vers la production d'affichages plus complexes, la visualisation sur grand écran, les mémoires optiques, etc.

En fait les effets électro-optiques ont suscité un très grand intérêt aussi bien sur le plan théorique que sur le plan expérimental. Notre étude fait appel à certains de ces effets dans les mélanges de cholestériques et de nématiques.

Dans ce type de mélange, qui possède une structure hélicoïdale analogue à celle des cholestériques purs, G. Heilmeier (7) a montré que l'on peut obtenir un effet électro-optique donnant une "mémoire optique". Ce phénomène n'est pas encore bien expliqué. Il nous a donc paru intéressant d'en poursuivre l'étude, et de chercher à l'utiliser dans une application originale : la réalisation d'un affichage d'image à l'aide d'une matrice de points à adressage électrique par lignes et colonnes. Cette image est fixe, en noir et blanc, sans teintes de gris intermédiaires, c'est-à-dire que chaque point de la matrice doit avoir deux états possibles ; un état sombre et un état clair.

La comparaison avec les autres procédés utilisés pour la visualisation montre que les cristaux liquides présentent un certain nombre de propriétés intéressantes. Le dispositif le plus utilisé actuellement dans ce domaine est le tube à rayons cathodiques ; il présente l'inconvénient de nécessiter une très haute tension, et d'être assez encombrant ; d'autre part la position des points sur l'écran est déterminée par la déflection analogique du faisceau électronique donc de façon assez peu précise, ce qui entraîne une déformation de l'image, en particulier sur les bords. Au contraire dans les dispositifs à cristaux liquides, la position des points est fixée par celles des électrodes. D'autre part les tensions de commande des cristaux liquides sont plus faibles que celles des écrans à plasma, et la puissance électrique consommée est beaucoup moins élevée que celle des autres types d'écrans. Enfin il est facile et peu coûteux d'obtenir de grandes surfaces de C.L. Par contre les cristaux liquides sont beaucoup plus lents que les autres dispositifs.

I.2. - Motivations et buts de cette étude

Les cristaux liquides deviennent de plus en plus souvent un concurrent très sérieux vis à vis des autres systèmes de visualisation, d'abord pour les dispositifs les plus simples, tels que les petits afficheurs numériques, et maintenant pour des systèmes plus élaborés. Le moment semble donc venu de chercher à réaliser un affichage beaucoup plus compliqué afin de profiter des avantages de ces matériaux, tels que la faible consommation, les faibles tensions de commande nécessaires etc.

Dans ce domaine, le Centre National d'Etudes des Télécommunications est fortement intéressé à l'étude d'un écran d'affichage d'images complexes s'intégrant dans un système de transmission d'images.

Le but de cette étude, est démontrer la faisabilité de la réalisation d'un écran plat à adressage électrique capable de recevoir un signal électrique séquentiel à deux niveaux, fournissant une image fixe dont les éléments ont deux états possibles, noir ou blanc, sans teinte intermédiaire.

L'écran que l'on veut obtenir doit posséder un nombre élevé d'éléments, de l'ordre de 10^6, disposés en un réseau carré de 1000 lignes par 1000 colonnes. L'écran comporte deux réseaux croisés d'électrodes parallèles, et chaque élément de l'écran est situé au point de croisement d'une électrode de ligne et d'une électrode de colonne.

L'image est reçue par l'intermédiaire d'un canal de transmission dont le débit maximum est de 2 Mbits/s, ce qui détermine donc la durée minimale d'affichage d'une image, soit 0,5 secondes. Inversement, la durée maximale de l'affichage est déterminée par la considération du mode d'utilisation prévu pour cet écran qui conduit à fixer une limite supérieure de l'ordre de 10 secondes.

Deux modes d'affichage peuvent être utilisés : soit un balayage répété de l'image, analogue à celui de la télévision, soit un balayage unique, l'image restant ensuite affichée sur l'écran sans altération pendant une durée au moins égale à une heure, ou jusqu'à ce qu'elle soit effacée et remplacée par une nouvelle image. Dans le premier cas, compte tenu du balayage lent de l'image, le papillottement ne peut être évité qu'avec une rémanence longue, de durée nettement supérieure à la période de balayage. Une telle rémanence est plus longue que celle de la plupart des effets électrooptiques dans les cristaux liquides, mais peut être obtenue dans les mélanges cholestériques nématiques. Ces mêmes mélanges peuvent présenter l'effet de mémoire nécessaire dans le second cas.

Nous avons vu que le temps d'adressage doit donc être compris entre 0,5 et 10 secondes. En supposant que les différents points d'une ligne soient commandés en parallèle, le temps de montée du cristal liquide utilisé doit donc être inférieur à 10 millisecondes

si l'on veut commander les lignes successivement et éviter ainsi d'utiliser un élément de commutation par point de l'image. Par contre, il faut que le temps de descente soit suffisamment long pour qu'un point éclairé le reste pendant tout le balayage de l'image, jusqu'à l'impulsion de commande suivante. Le rapport entre les temps de descente et de montée doit donc être supérieur à 10^3.

Par ailleurs, comme l'adressage d'un point se fait par coïncidence d'impulsions sur les électrodes de ligne et de colonne, chaque point est soumis entre deux adressages à des impulsions parasites plus faibles que les impulsions de commande. Il faut donc une tension de seuil suffisamment abrupte pour éliminer l'influence des impulsions parasites.

CHAPITRE II

-/-

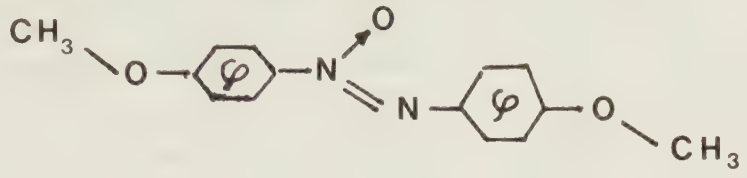
RAPPELS ET NOTIONS FONDAMENTALES SUR LES CRISTAUX LIQUIDES

-/-

II. - RAPPEL ET NOTIONS FONDAMENTALES SUR LES CRISTAUX LIQUIDES

II.1. - Les différentes phases mésomorphes

La phase mésomorphe s'observe dans des corps organiques constitués de molécules de forme allongée et relativement rigides. Un exemple typique est le para-azoxyanisol (P.A.A.) dont les dimensions sont d'environ 7 A° x 20 A°.

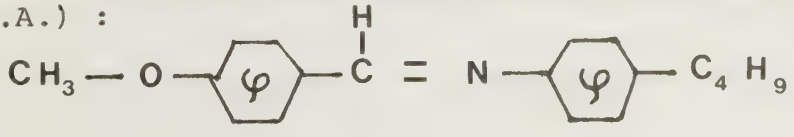


En général ces molécules comportent deux ou trois cycles benzéniques. Il est maintenant bien établi que les cristaux liquides constituent des états de la matière intermédiaire entre les solides et les liquides ordinaires. La dénomination donnée par G. Friedel (3), états mésomorphes, parait donc beaucoup plus significative que celle de cristal liquide donnée par Lehmann (2). Cette dernière appellation étant cependant très utilisée, nous les emploierons quant à nous toutes les deux.

Ces états mésomorphes ou mésophases, qui présentent différentes organisations moléculaires, ont été classés pour la première fois par Friedel, qui définit en trois types de phases :

- la phase nématique dans laquelle les molécules se déplacent librement, mais en conservant leurs grands axes parallèles entre eux.

Ces molécules allongées peuvent tourner autour de leur axe et se déplacer librement dans trois directions, donc leurs centres de gravité sont répartis au hasard, ce qui permet à cet état de montrer une fluidité plus grande que les autres phases. L'orientation des molécules prises individuellement est soumise à des fluctuations thermiques, mais leur direction moyenne est bien déterminée, et on peut la définir par un vecteur unitaire appelé le directeur. La phase nématique présente le phénomène de biréfringence uniaxiale et une anisotropie optique positive : l'indice de réfraction extraordinaire N_e pour une lumière polarisée parallèlement à l'axe d'alignement est plus grand que l'indice ordinaire N_o pour une polarisation normale à l'axe ; la différence $N_e - N_o$ dans cette phase est positive et typiquement de 0,3, pour un indice moyen $\bar{n} = 1,5$. Un exemple bien connu et très utilisé d'une phase nématique est le methoxy-benzilidène butyl aniline (en abrégé M.B.B.A.) :



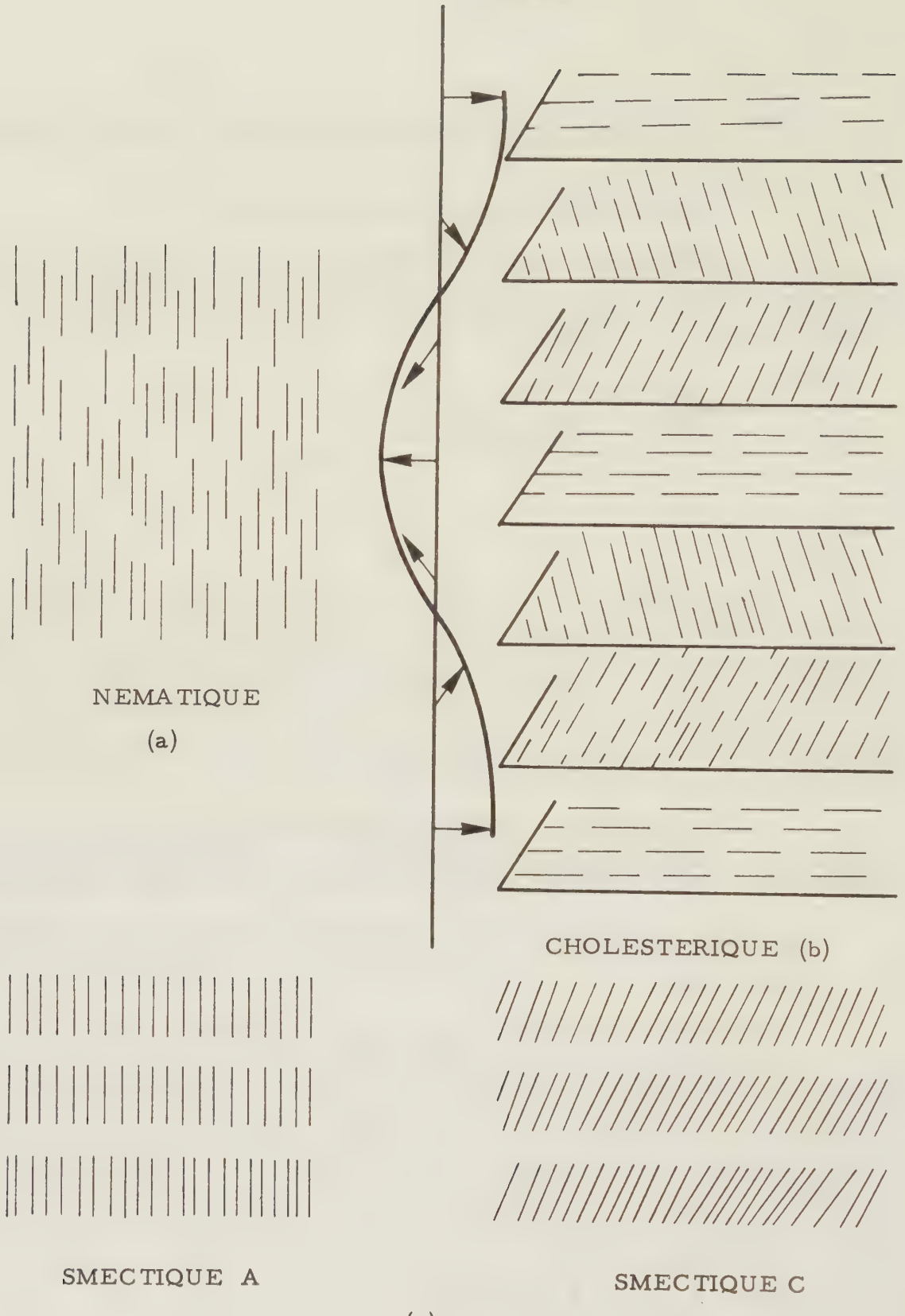


Figure II.1 - Les trois grands types de cristaux liquides :

a) Nématique b) Cholesterique c) Smectique A et C

qui est nématique à la température ambiante, 3 entre 20° et 47° C. Cette phase est représentée schématiquement sur la figure (II.1.a).

- la phase cholestérique est assez analogue à la phase nématique ; la différence, qui n'est pas fondamentale d'après Friedel, c'est que la phase cholestérique subit une torsion régulière suivant un axe perpendiculaire à la direction d'alignement préférentiel de molécules. Lorsque cette phase n'est soumise à aucune contrainte extérieure, on peut définir une famille de plans parallèles, telle que dans un plan donné les molécules sont toutes parallèles à une même direction de ce plan, mais cette direction se modifie de façon continue et régulière lorsqu'on passe d'un plan à un autre ; l'angle entre les molécules de deux plans différents est proportionnel à la distance entre ces deux plans. On obtient ainsi une configuration hélicoïdale dont l'axe est perpendiculaire en tout point au grand axe moléculaire. On peut définir le pas P de cette structure par la distance qui sépare deux plans entre lesquels la rotation des axes moléculaires est égale à 2π . Ce pas est très grand par rapport aux dimensions moléculaires, il varie d'un corps à l'autre et est très sensible à la température ; en général le pas P est de l'ordre de quelques milliers d' Angström.
  Il en résulte que cette phase présente un pouvoir rotatoire très élevé (plus de 100 par mm. Ou un angle qui peut atteindre 60 000°/mm) et une réflexion sélective de la lumière de longueur d'onde $\lambda = P \cdot n$ où n est l'indice moyen. Elle présente également le phonomène de biréfringence, et est optiquement négative (cf. fig. II.1.b).

- la phase smectique est plus vigoureuse du fait qu'elle est plus proche de l'état solide. Cette phase est caractérisée par des plans dans lesquels les centres de gravité des molécules sont répartis de façon aléatoire. Contrairement aux plans que nous avons définis dans les cholestériques ces plans ont une réalité physique matérialisée par des couches successives de molécules. Ces plans sont parallèles et équidistants. L'axe des molécules peut être, soit perpendiculaire aux plans dans le cas des smectiques A (cf. II.1.c.A), soit incliné par rapport aux plans dans le cas des smectiques c (cf. II.1.c.C).

Malgré leurs différences de structures, les trois phases précédentes possèdent cependant certaines caractéristiques communes ; elles sont constituées de molécules organiques de forme allongée, possédant une chaîne centrale assez rigide ; elle sont à la fois fluides et anisotropes ; elles ont en particulier une anisotropie optique et elles présentent ainsi le phénomène de biréfringence.

II.2. - Propriétés physiques des cristaux liquides

Nous nous limitons à présenter une description des propriétés physiques pour les phases nématiques et cholestériques car ce sont celles que nous étudierons par la suite.

II.2.1. - Ordre d'alignement moléculaire

L'étude des forces qui interviennent dans l'orientation et dans le positionnement des molécules, n'est pas encore complète, en particulier celle sur les smectiques. Mais un certain nombre de calculs ont déjà été faits et ont pu être reliés à des résultats expérimentaux.

L'orientation des molécules dans un cristal liquide nématique peut être décrite statistiquement par le vecteur unitaire $\vec{n}$, appelé " directeur", représentant la direction d'orientation moyenne des molécules dans un certain domaine, et par un paramètre d'ordre S lié aux fluctuations d'orientation des molécules par rapport au directeur.

D'après l'étude théorique de MAIER et SAUPE qui a été affirmée récemment par CHANDRASEKHAR et al (8) on définit le paramètre de taux moyen d'orientation par :

$$S = \frac{1}{2} \langle 3 \cos^2 \theta - 1 \rangle$$

où θ est l'angle que fait le grand axe de la molécule avec l'axe de l'orientation moyenne. Les crochets signifient qu'on fait la moyenne dans le temps (en raison des fluctuations thermiques) et la moyenne sur toutes les molécules. Pour un ordre parfait, où toutes les molécules seraient parallèles, le paramètre d'ordre serait S = 1 ; par contre pour une structure complètement désordonnée (isotrope), le paramètre d'ordre serait nul. Mais, pour un cristal liquide nématique réel, le paramètre S est évalué entre S = 0,4 et S = 0,7. La plupart des caractéristiques physiques dépendent de ce paramètre d'ordre S par exemple : l'indice optique, la résistivité, les constantes élastiques, etc.

La phase cholestérique, dont la structure est voisine de celle de la phase nématique, est également justifiable de cette analyse. Par contre le cas des smectiques est plus complexe, du fait qu'il existe également un ordre dans la position des molécules.

II.2.2. - Propriétés d'anisotropie

On a déjà signalé que les phases mésomorphes peuvent présenter des propriétés d'anisotropie analoques à celles des cristaux solides.

L'existence d'un alignement macroscopique (à longue distance) et la forme allongée de la molécule dans ces mésophases, induisent des propriétés d'anisotropie qui sont à l'origine des effets d'électro-optiques et de leurs applications.

- anisotropie diélectrique : le comportement diélectrique d'un milieu de C.L. est décrit par deux constantes : $\varepsilon_{//}$ et $\varepsilon_{\perp}$; qui représentent respectivement les valeurs de la constante diélectrique que l'on mesure lorsque le champ appliqué est parallèle ou perpendiculaire au grand axe des molécules.

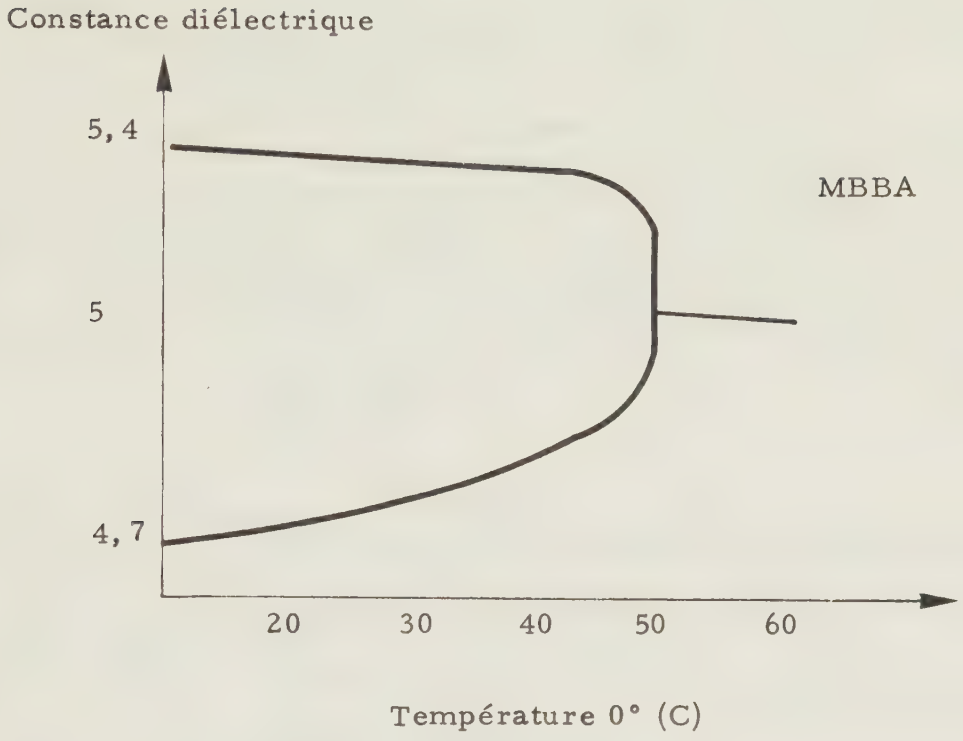


Figure II.2 - Variations de l'anisotropie des constantes diélectriques avec la température , montrant la transition : Nématique ⟶ liquide isotrope

L'anisotropie diélectrique est définie par $\varepsilon_a = \varepsilon_{//} - \varepsilon_{\perp}$, où ε_a peut être positive ou négative ; le signe de l'anisotropie diélectrique dépend en effet de la polarisibilité moléculaire ainsi que la valeur et de la direction du moment dipolaire permanent par rapport au grand axe de la molécule. Donc $\varepsilon_a > 0$ quand la direction de ce moment dipolaire est parallèle au grand axe de la molécule ou proche de cet axe, et $\varepsilon_a < 0$ quand elle est $\perp$ à celui-ci. Sous l'effet du champ électrique, la direction de moment dipolaire a tendance à s'orienter parallèlement au champ.
Dans le cas des nématiques, l'anisotropie diélectrique est un paramètre macroscopique, tandis que dans le cas des cholestériques les paramètres précédents caractérisent l'anisotropie locale, sur des distances faibles par rapport au pas de l'hélice.
Alors que la composante $\varepsilon_{\perp}$ ne présente pas d'anomalie en fonction de la fréquence, la composante $\varepsilon_{//}$ présente le phénomène de relaxation en fonction de la fréquence. Une étude récente (9) a porté sur celui-ci ; l'expression de la composante $\varepsilon_{//}$ du tenseur diélectrique s'écrit :

$$\varepsilon_{//} = \varepsilon_{//\infty} + \frac{\varepsilon_{//s} - \varepsilon_{//\infty}}{1 + w^2 \tau_r^2}$$

où $\tau_r = 1/2\pi f_r$, f_r , étant la fréquence de relaxation
$\varepsilon_{//\infty}$ est la valeur de $\varepsilon_{//}$ pour $f \gg f_r$

$\varepsilon_{//s}$ est la valeur de $\varepsilon_{//}$ pour $f \ll f_r$

Donc l'anisotropie diélectrique $\varepsilon = \varepsilon_{//} - \varepsilon_{\perp}$ est donnée par :

$$\varepsilon_a = \frac{\varepsilon_{as} + w^2 \tau_r^2 (\varepsilon_{//\infty} - \varepsilon_{\perp})}{1 + w^2 \tau_r^2}$$

où ε_{as} est l'anisotropie diélectrique pour $f \ll f_r$.
Les fréquences de relaxation diélectrique observées sont de l'ordre du mégahertz.
Signalons pour terminer que l'anisotropie diélectrique décroît avec la température et s'annule à la transition nématique ⟶ liquide isotrope (10). Nous prenons pour exemple le cas d'un nématique très utilisé, le MBBA (cf. fig. II.2).

- anisotropie de la conductivité : la conductivité électrique du cristal liquide est plus importante parallèlement à la direction d'alignement de l'axe moléculaire que perpendiculairement à cet axe : $\sigma_{//} / \sigma_{\perp} > 1$ ou $\sim 1,5$. Il en résulte que le déplacement des ions + s'effectue plus facilement dans une direction parallèle aux molécules.

- anisotropie optique : elle traduit la réponse de la mésophase lorsque une lumière travers celle-ci. Dans cas des nématiques, qui se comportent comme un cristal uniaxe dont l'axe optique est la direction d'alignement des molécules, on peut lui attribuer un indice n_e extraordinaire pour une polarisation suivant le directeur $\vec{n}$ et un indice n_o plus petit dans les directions perpendiculaires au directeur $\vec{n}$. Ceci induit une biréfringence ($\Delta n = n_e - n_o > 0$) élevée : de l'ordre de 0,3, pour un indice moyen de 1,5 ; elle est donc 30 fois plus élevée que celle de quartz. Δn décroît régulièrement avec la température, puis tombe brutalement à 0 lors de la transition nématique ⟶ isotrope.
Dans le cas des cholestériques, la structure est localement uniaxiale mais l'axe préférentiel tourne lorsqu'on se déplace parallèlement à l'axe hélicoïdal, ce qui permet de dire qu'elle est analogue à un nématique tordu ; la birefringence qui en résulte à l'échelle macroscopique est négative $\Delta n < o$. Cette structure hélicoïdale périodique donne lieu à des réflexions de Bragg lorsque la longueur d'onde optique correspond au pas : $\lambda = \bar{n} \cdot P$ où $\bar{n} = (n_e + n_o)/2$ et p est le pas.

II.2.3. - Elasticité

Les propriétés élastiques du cristal liquide, bien qu'elles aient été étudiées par la théorie de continuum due à Zosher et Oseen sont devenues beaucoup plus compréhensibles et plus simples grâce à la présentation de Frank (11).

La théorie élastique est basée sur la supposition qu'en chaque point dans le cristal liquide, il y a une direction privilégiée pour l'orientation moléculaire. Cette direction est décrite par un vecteur unitaire $\vec{n}$, appelé directeur, parallèle à la direction moyenne d'alignement des molécules. $\vec{n}$ varie de façon continue d'un point à un autre.

Or, une contrainte extérieure, quelconque : électrique, magnétique, mécanique, etc, imposée au milieu, va modifier la direction moyenne des molécules, et induire une distorsion de la structure ; les molécules vont cependant avoir tendance à revenir à leurs orientations initiales et maintenir la configuration originelle.

Frank a montré qu'il n'existe que trois déformations fondamentales :

- la déformation en éventail, pour laquelle intervient le rayon de courbure R_1 avec $\frac{1}{R_1} = |\text{div } \vec{n}|$
- la déformation de torsion, dont le rayon R_2 est défini par $\frac{1}{R_2} = \vec{n} \cdot \vec{\text{rot}}\ \vec{n}$
- enfin la déformation de flexion dont le rayon R_3 est défini par $\frac{1}{R_3} = |\vec{n} \wedge \vec{\text{rot}}\ \vec{n}|$.

Donc, une petite déformation quelconque peut être décomposée en une somme pondérée de ces trois déformations

(a) (b) (c)

Déformation en "éventail"

$$n = \frac{1}{R}$$

R étant de rayon de courbure de la déformation

Déformation en "torsion"

$$n.\ \mathrm{rot}\ n = -\frac{1}{R_2}$$

R_2 étant de rayon de torsion

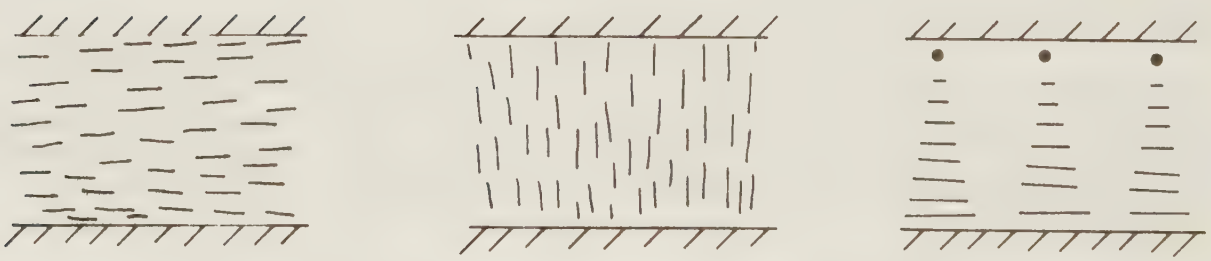
Déformation en "flexion"

$$n\ \mathrm{rot}\ n = \frac{1}{R_3}$$

R_3 étant le rayon de la déformation

Figure II.3 - Les trois types fondamentaux de déformation d'un nématique :

a) déformation en "éventail (Splay),b) en torsion, c) en flexion



(a) (b) (c)

Figure II.4 - Trois configurations de nématiques induites par l'effet d'alignement :

a) Structure planaire, b) structure homéotrope, c) nématique en hélice

fondamentales, si bien que l'énergie élastique du milieu dans la notation de Frank a pour experssion :

$$G_{elas} = \int F dv = \frac{1}{2} \int_{vol} dv \left[K_{11} (\mathrm{div}\, \vec{n})^2 + K_{22} (\vec{n}\, \vec{rot}\, \vec{n} + q_o)^2 + K_{33} (\vec{n} \wedge \vec{rot}\, \vec{n})^2 \right]$$

où q_o est le terme lié à la structure interne de milieu :

q_o est nul dans le cas de nématique

$q_o = 2\pi / p$ dans le cas de cholestérique où P est le pas naturel de la structure hélicoïdale.

K_{11}, K_{22}, K_{33} sont les constantes élastiques respectivement : en éventail, en torsion, et en flexion (cf. fig. II.3). Les valeurs expérimentales donnent toujours $K_{33} > K_{11} > K_{22}$.

Le rapport de l'énergie intermoléculaire à la distance moyenne entre deux molécules donne l'ordre de grandeur de ces constantes soit à 300 K, $K_{11} \sim 10^{-6}$ dynes 10^{-11} N ; pour le MBBA $K_{11} = 5.10^{-12}$ N .

Finalement nous signalons que dans un champ électrique par exemple, il faut ajouter à l'énergie $G_{élas}$ le terme d'interaction du champ avec le cristal liquide :

$$-\frac{1}{2} \int_{vol} \varepsilon_a (\vec{n} \cdot \vec{E})^2 dv \quad , \text{ où} \qquad \varepsilon_a = \varepsilon_{//} - \varepsilon_{\perp}$$

II.3. - Effet du champ électrique et instabilité hydrodynamique, sur les différentes structures

L'application d'un champ extérieur sur une couche mince de cristal liquide, induit certaines déformations de la direction d'alignement moléculaire, quelle que soit la structure mésomorphe utilisée. Si le mécanisme de ces déformations induites par un champ magnétique est lié exclusivement aux propriétés diamagnétiques anisotropes, le mécanisme de ces déformations est plus complexe avec un champ électrique à cause de l'intervention des phénomènes de conduction. Donc un champ électrique a un double effet d'alignement :

- un effet purement diélectrique dû à l'anisotropie de la constante diélectrique ; le champ électrique induit un couple tendant à orienter les axes de plus grande polarisabilité dans la direction du champ. C'est l'effet le plus simple.
- un effet de conduction qui est dû aux déplacements de porteurs de charges dans la mésophase dont la conductivité est anisotrope. Ces déplacements s'accompagnent de gradients de vitesse à l'intérieur du fluide, ce qui induit des couples hydrodynamiques.

Les deux effets peuvent être soit de même sens, soit opposés. L'un ou l'autre peut être prédominant, selon la fréquence et l'amplitude du champ électrique.

La première étape dans l'étude des effets du champ électrique a été l'observation au microscope par les chercheurs de RCA, de l'apparition, pour un certain champ (tension-seuil) de lignes brillantes, équidistantes (12), au delà, Heilmeier (13) avait observé la diffusion de la lumière incidente. Un an plus tard Carr(14) et Helfrich (15) ont donné une interprétation de la formation des domaines (stries) de Williams, par les effets conjugués de l'anisotropie diélectrique et de la conductivité électrique conduisant à une instabilité hydrodynamique. Cette étude a été effectuée en excitation continue. Le groupe d'Orsay (16) a étendu ce modèle au cas d'une excitation alternative.

Dans le cas des cholestériques, des effets analogues ont été observés mais la théorie plus complexe, n'en a pas été faite. Les mélanges de cristaux liquides nématiques et cholestériques ont une structure hélicoïdale analogue à celle des cholestériques purs, mais dont le pas est plus grand et varie selon les proportions du mélange. En plus des effets décrits ci-dessus, ces mélanges présentent, dans une certaine gamme de concentration en cholestérique, un effet de "mémoire" découvert par Heilmeier (7) : si l'on part d'une structure initiale hélicoïdale non perturbée, et que l'on applique un champ électrique suffisamment élevé, le cristal liquide ne revient pas à son état initial après suppression du champ, mais à un état différent qui diffuse la lumière.

Selon l'effet prédominant, on peut distinguer deux régimes différents :

- régime diélectrique lié à l'anisotropie de susceptibilité diélectrique.
- régime lié à l'instabilité électrohydrodynamique.

Les phénomènes hydrodynamiques et les tensions nécessaires pour les provoquer sont très différents de part et d'autre de la fréquence critique f_c qui est la fréquence de relaxation des charges.

II.3.1. - Régime diélectrique

Dans ce régime l'effet des déplacements de charges est négligeable, et les déformations sont dues seulement à l'action du champ électrique sur le dipôle électrique permanent des molécules ; l'axe principal de polarisabilité tend à s'orienter dans la direction du champ appliqué. Les effets électro-optiques induits par ce régime peuvent être classés en fonction de la nature du cristal liquide : nématique ou cholestérique, de l'orientation initiale des molécules par rapport au champ et du signe de l'anisotropie diélectrique.

Ce régime s'observe le plus souvent au dessus de la fréquence f_c de relaxation des charges électriques. On peut l'observer également au dessous de la fréquence f_c dans les cristaux liquides nématiques, pour des champs assez faibles, inférieurs au seuil de l'instabilité hydrodynamique.

II.3.1.1. - Les nématiques dans le régime diélectriqu

Le cristal liquide est placé entre deux plaques de verre recouvertes d'électrodes transparentes. Ce système se comporte comme un condensateur dans lequel le cristal liquide joue le rôle du diélectrique, et il permet d'appliquer un champ électrique perpendiculaire aux parois.

Le champ appliqué crée une orientation collective des molécules ce qui permet de faire tourner l'axe optique initial. Il y a trois effets diélectriques fondamentaux classés selon la géométrie du milieu et le signe de l'anisotropie diélectrique.

II.3.1.1.1. - Structure planaire (homogène) où $\xi_a > 0$

Les molécules sont orientées parallèlement aux parois qui ont été traitées -frottement par exemple- pour obtenir cette configuration. L'axe optique est donc aligné parallèlement aux surfaces (Fig. II.4). Cet effet a d'abord été observé à l'aide d'un champ magnétique. L'anisotropie diamagnétique est positive. Ce champ va induire un état d'instabilité. La transition est appelée : transition de Freederickez ; il se forme des ondulations de flexion ; les molécules tournent d'un certain angle dans un plan perpendiculaire aux parois.

Cette transition a été récemment obtenue également (17 , 18) sous l'effet du champ électrique. En fait, la transition est due au couple qui tend à aligner les molécules parallèlement au champ ; le couple élastique exerce une action antagoniste qui tend à ramener les molécules à l'orientation initial en raison de l'effet d'alignement le long des parois. La tension nécessaire pour obtenir cette transition est donnée par :

$$V_c = 2\pi(\pi k_{11}/\xi_a)^{1/2} \quad \text{en C.G.S.}$$

où K_{11} est la constante élastique de la déformation en éventail.

Pour une tension suffisamment élevée, l'axe optique devient normal aux parois de façon uniforme et on obtient la structure dite homéotrope.

L'analyse théorique donnant le temps de réponse de cette transition est très difficile (19). Cependant avec une approximation raisonnable il permet de déduire les relations suivantes :

- temps de montée

$$T_m = \frac{4\pi\eta_1}{\xi_a} \frac{d}{v - v_c} \quad \text{en C.G.S.}$$

- temps de descente

$$T_D = \frac{d^2}{\pi^2} \frac{\eta_1}{k_{11}}$$

où η_1 est la viscosité, K_{11} est la constante élastique de déformation en éventail d est l'épaisseur de la cellule.

Expérimentalement pour des épaisseurs de 10 à 20 µm, on obtient un temps T_m de 10 à 30 m sec et un temps T_d de 30 à 100 ms.

II.3.1.1.2. - Structure homéotrope où $\varepsilon_a < 0$

La structure est dite homéotrope lorsque les molécules sont orientées perpendiculairement aux parois ce qui fait que l'axe optique est aussi normal aux parois. Dans ces conditions l'alignement moléculaire et l'axe optique sont parallèles au champ électrique appliqué (cf. Fig II.4). L'anisotropie diélectrique est ici négative. En supposant que la conductivité électrique soit négligeable, le champ tend à faire pivoter les molécules, vers une direction parallèle aux parois du fait que l'anisotropie est négative.

L'effet obtenu par cette déformation est appelé biréfringence contrôlée électriquement. Selon la théorie de Frank, la tension nécessaire pour induire la réorientation est :

$$V_c = 2\pi \left(\pi K_{33} / |\varepsilon_a| \right)^{1/2} \quad \text{en C.G.S.}$$

où K_{33} est la constante élastique en flexion.

Pour une tension relativement élevée, l'axe optique s'oriente dans le sens normal au champ appliqué, c'est-à-dire parallèlement aux parois ; la structure devient donc homogène.

Le temps de réponse du milieu a pu être calculé en fonction des différents couples élastique, électrique et visqueux qui agissent sur les molécules :

- temps de montée $T_m = \frac{4\pi \eta_1}{\varepsilon_a} \frac{d^2}{V^2 - V_c^2}$ en C.G.S.

- temps de descente $T_D = \frac{d^2}{\pi^2} \frac{\eta_1}{K_{33}}$

où d est l'épaisseur de l'échantillon.

Ce type de déformation permet de modifier la biréfringence et donc, à l'aide de polariseurs, d'agir sur l'intensité ou sur la coloration de la lumière, ce qui peut avoir de nombreuses applications dans le domaine des systèmes d'affichage (20)

II.3.1.1.3. - Nématique en hélice

Dans cette structure les molécules sont orientées parallèlement aux parois, mais leurs directions sur chacune des parois sont orthogonales entre elles. Cette orientation est indirecte par le traitement des parois (frottement ou dépôt sous induite oblique). La direction des molécules varie donc de façon continue à travers la cellule et on obtient ainsi artificiellement une structure hélicoïdale analogue à celle des cholestériques, dont le pas est 4 fois l'épaisseur de la cellule (cf. Fig. II.4).
L'anisotropie diélectrique doit être positive $\varepsilon_a > 0$

Une lumière linéairement polarisée suit systématiquement la rotation de l'axe optique le long de son trajet ; la polarisation tourne donc d'un angle de 90°.

En présence d'un champ électrique, la structure initiale se modifie à partir d'une certaine valeur pour laquelle les molécules se réorientent perpendiculairement aux parois. Cette déformation est définie par une tension critique V_c :

$$V_c = 2\pi \left[\frac{\pi}{\varepsilon_a} \left(k_{11} + \frac{k_{33} - 2k_{22}}{4} \right) \right]^{1/2} \quad \text{en C.G.S.}$$

où K_1, K_2, K_3 sont les constantes élastiques de déformation en éventail, en torsion, et en flexion.

La découverte de cet effet est due à M. Schadt et W. Helfrich (22)

II.3.1.2. - Les cholestériques dans le régime diélectrique

Le régime diélectrique ne s'observe en général dans les cholestériques qu'avec un champ électrique de fréquence supérieure à la fréquence f_c de relaxation des charges. Dans ces conditions, le grand axe de la polarisabilité tend à s'aligner suivant la direction du champ électrique appliqué, tandis que les forces d'élasticité tendent à maintenir l'état initial en raison des conditions aux limites. Les déformations et la transition d'une structure à une autre dépendent donc de plusieurs facteurs :

- le signe de l'anisotropie diélectrique
- la direction du champ électrique appliqué par rapport à l'axe hélicoïdal de la structure cholestérique
- le rapport entre l'épaisseur de l'échantillon et le pas du cholestérique : d/p.
- la fréquence d'excitation au delà de la fréquence critique f_c.

Dans ce régime les résultats obtenus sous l'effet du champ électrique sont en général analogues à ceux qui peuvent se produire sous l'effet du champ magnétique. Dans les calculs théoriques, il suffit d'utiliser dans un cas le tenseur diélectrique et dans l'autre le tenseur de susceptibilité diamagnétique.

II.3.1.2.1. - Structure planaire et champ électrique parallèle à l'axe hélicoïdal h

Dans la structure planaire, toutes les molécules sont parallèles au plan des parois et l'axe hélicoïdal leur est perpendiculaire. Selon l'anisotropie diélectrique et le rapport d/p on observe différentes déformations :

$$\varepsilon_a > 0 \quad \text{et } d/P \gg 1$$

Le champ électrique induit, autour d'une certaine valeur dite seuil optique, un réseau de lignes carrées brillantes (23), dues à des déformations de flexion ou de torsion. Au delà du seuil une nouvelle struture formée de lignes brillantes équidistantes enroulées en spirales, a été observée. Cette structure spiralée, d'après Rondelez, est à l'origine de l'effet mémoire optique, et définie par le basculement local de l'axe hélicoïdal qui tend à devenir parallèle aux parois. Cette structure est métastable et la structure planaire initiale réapparaîtra au bout d'un temps plus ou moins long.

L'expression du champ de seuil optique a été donné récemment par Hurault (25).

$$E_s = 2\pi \left[\frac{2\pi}{\varepsilon_a} \frac{1}{dp} (6 k_2 k_3)^{1/2} \right]^{1/2}$$

où d est l'épaisseur de l'échantillon, p est le pas, ε_a est l'anisotropie diélectrique, K_2 et K_3 sont les déformations de torsion et de flexion respectivement.

$$\varepsilon_a > 0 \quad \text{et } d/P \simeq 1$$

Au delà d'un champ de seuil, on observe, une série de lignes brillantes parallèles entre elles (26). La déformation est unidimensionnelle. Avec un champ plus fort, les molécules tendent à s'aligner dans la direction du champ puisque ε_a est positive, donc comme dans le cas précédent $d/p \gg 1$, il y aura une rotation de $\pi/2$ de l'axe hélicoïdal.

Pour ce rapport et jusqu'à une valeur du rapport d/p de l'ordre de 3/2, les effets d'hystérésis sont beaucoup moins importants que dans le cas $d/p \gg 1$; la cellule retourne dans la structure planaire en quelques dizaines de secondes.

D'autre part, Meyer (27) avait calculé qu'au delà du seuil, on devait observer le passage à la structure dite "conique- focale par le basculement de l'axe hélicoïdal, pour un champ électrique tel que

$$\frac{\pi}{p}\left(\pi \frac{k_3}{\varepsilon_a}\right)^{1/2} < E < \frac{\pi^2}{p}\left(\pi \frac{K_2}{\varepsilon_a}\right)^{1/2} \left(\frac{K_2}{K_3}\right)^{1/2}$$

en supposant que $K_2 > K_3$; cependant en pratique $K_3 > K_2$ Baessler et al (28) avait également calculé cette transition vers une structure conique-focale en utilisant un champ électrique sur des couches minces d'une épaisseur de l'ordre du pas et en négligeant l'effet des parois.

$$\varepsilon_a > 0 \quad \text{et } d/P < 1$$

Pour des champs assez élevés, l'échantillon apparaît brillamment coloré entre polariseurs croisés (23). Celà traduit la transition de la structure planaire à la phase nématique (homéotrope) de façon semblable à la transition observée dans le cas des nématiques en hélice. On parle donc de transition à la "Freederickz".

$$\varepsilon_a < 0$$

Les molécules tendent à s'orienter perpendiculairement au champ. Donc lorsque le champ est appliqué parallèlement à l'axe hélicoïdal (26), la structure planaire représente la configuration la plus stable. Haas et al (29) ont d'ailleurs utilisé ces conditions pour préparer des cellules à structure planaire en appliquant un champ électrique.

II.3.1.2.2. - Alignement homéotrope le long des parois et champ électrique E normal aux parois

La structure naturelle en hélice régulière des cholestériques est incompatible avec l'alignement homéotrope le long des parois. La structure observée, pour un pas p voisin de l'épaisseur d, est périodique et apparaît formée de lignes parallèles. La plupart des **auteurs** avaient supposé qu'il s'agissait d'une structure hélicoïdale d'axe parallèle aux parois, déformée par les contraintes qu'impose l'alignement le long des parois. Il semble bien d'après des calculs récents (réf. 50) que la structure présente des déformations périodiques mais non hélicoïdales. Cependant, en ce qui concerne les effets électrooptiques, les calculs effectués en supposant une disposition en hélice d'axe parallèle aux parois semblent donner une assez bonne approximation des phénomènes observés.

Suivant l'anisotropie diamagnétique ou diélectrique et le rapport entre l'épaisseur d et le pas p, nous observons différents aspects de déformations :

$$\varepsilon_a > 0$$

La déformation induite sous l'effet du champ est définie par la transition de la structure cholestérique à la structure nématique, lorsque le champ dépasse une valeur critique :

$$E_c = \frac{\pi}{p} \sqrt{\frac{\pi K_{22}}{\varepsilon_a}}$$

Cette prédiction théorique a été donnée par De Gennes (30) et Meyer (27). Le mécanisme de cette transition est le suivant : le champ va tendre à aligner les grands axes moléculaires parallèlement à lui-même puisque leur anisotropie diélectrique est positive. Le pas du cholestérique p augmente au départ progressivement pour devenir infini à la valeur critique E_c, pour laquelle on obtient donc le déroulement complet de la structure qui devient ainsi nématique. Le champ provoque uniquement une déformation de torsion.

La confirmation expérimentale de ces prévisions théoriques a été donnée par Durand et al (31), et par Meyer (32). Le temps de réponse de cet effet est remarquablement court ; une valeur expérimentale pour les temps de montée et de descente a été donnée par Jakeman et al (33) ; elle est de l'ordre de 10 μ sec.

$$\varepsilon_a < 0$$

L'étude concernant ce cas a été très peu poussée jusqu'à présent. Hervet et al (26) et (34) ont traité ce cas récemment partant d'une structure planaire dont l'axe hélicoïdal $\vec{h}$ est normal aux parois et le champ électrique appliqué est perpendiculaire au $\vec{h}$. Leurs observations ont montré l'apparition d'un réseau de lignes brillantes, parallèles, et équidistantes lorsque le champ électrique appliqué atteint une certaine valeur dite seuil optique. Cette déformation est indépendante du rapport d/p, et a le même aspect que celle qui a été observée dans le cas où le champ est parallèle à l'axe $\vec{h}$ et $d/p \simeq 1$, pour une anisotropie diélectrique positive. Ils ajoutent que le champ de seuil est indépendant de la fréquence dans une gamme de 1 KHZ à 250 KHZ.

Pour des champs au delà du seuil, ils indiquent qu'il se produit un basculement de l'axe $\vec{h}$ qui devient parallèle aux parois ; cependant ce basculement n'a jamais pu être obtenu ; même pour des champs très élevés, la distance entre deux lignes adjacentes a toujours été trouvée plus grande que P/2, ce qui indique une structure différente, sans doute due à l'action des parois. Cette structure semi-basculée est métastable lorsqu'on coupe le champ appliqué. Le temps de relaxation vers la structure planaire est variable suivant les échantillons.

Le champ-seuil de ce type de déformation est :

$$E_c = -4\pi \left[\frac{\pi}{pd} \left(6 K_2 \, K_3 \right)^{1/2} \right]^{1/2}$$

Dans notre travail, nous avons étudié en détail cette configuration. Le long des parois, les molécules sont orientées perpendiculairement à celles-ci à l'aide d'un surfactant. La structure qui en résulte est assez complexe, car les conditions aux limites sont incompatibles avec la disposition naturelle des cholestériques, en hélice régulière. Les premières explications données sur cette structure supposaient qu'il y avait raccordement entre une structure hélicoïdale d'axe parallèle aux parois, et la disposition homéotrope des molécules le long des parois, le pas de l'hélice se trouvant plus ou moins modifié par cette interaction ; une telle structure comporterait nécessairement des lignes de discontinuité à chaque demi-pas, accompagnées de contraintes élevées. Il semble donc en fait beaucoup plus vraisemblable qu'il s'agisse d'une structure périodique continue bidimensionnelle, présentant une certaine torsion, mais sans hélice d'axe parallèle aux parois qui engendrerait une discontinuité à chaque demi-tour. Les équations différentielles couplées auxquelles aboutissent les calculs théoriques sont trop complexes pour que l'on puisse leur trouver une solution analytique, mais une résolution numérique sur ordinateur est possible, et a fourni, moyennant certaines hypothèses simplificatrices, une solution de ce type (réf. 50).

La structure obtenue dépend du rapport d/p entre l'épaisseur et le pas. Au dessous d'une certaine valeur du rapport d/p, qui est de l'ordre de l'unité, l'influence des parois devient prépondérante et la seule configuration stable est la structure nématique homéotrope.

II.3.2. - Régime de l'instabilité hydrodynamique en présence d'un champ électrique

Contrairement aux effets diélectriques, qui peuvent également être observés en présence d'un champ magnétique, les effets hydrodynamiques ne peuvent être obtenus que par l'action d'un champ électrique, car ils sont liés à la présence et au déplacement des charges électriques.

Il en résulte également que les phénomènes observés seront très différents selon que la fréquence du champ électrique d'excitation sera inférieure ou supérieure à la fréquence de relaxation des charges ; $f_c = \frac{1}{2\pi\rho\varepsilon}$

- Le mécanisme de cette instabilité en excitation continue à très basse fréquence, est dû principalement à l'effet d'injection des porteurs par les électrodes ; cette explication a été donnée par Felici (35) qui a son étude sur un liquide isotrope. On a trouvé plus tard que ce modèle est valable dans le cas du cristal liquide (36).
- Le mécanisme responsable de cette instabilité en excitation alternative à basse fréquence $f < f_c$ est plus compliqué. Cet effet est actuellement bien connu et il porte le nom d'effet Carr-Helfrich (14-15). Pratiquement, la conductivité des cristaux liquides, quoique faible, reste toujours finie, et l'action du champ électrique sur la phase anisotrope conduit à un déplacement de charges dont l'interaction avec le cristal liquide provoque l'instabilité hydrodynamique.

En fait les forces qui interviennent sont nombreuses ; considérons par exemple une phase nématique dont l'orientation est uniforme dans tout le volume ; lorsqu'elle est soumise à un champ électrique, on observe une ondulation qui est due initialement à l'effet de l'agitation thermique et qui est amplifiée par l'action conjuguée des différentes forces en présence :

- les forces induites par l'action du champ électrique $\vec{E}$ sur les charges "q", où q peut être positive ou négative, créent un écoulement du fluide dans deux sens opposés.
- la force de cisaillement induite par le gradient de vitesse.
- les forces élastiques qui, en raison de l'alignement des molécules le long des parois, tendent à maintenir l'orientation initiale des molécules.
- la force diélectrique, due à l'action entre le champ et l'anisotropie diélectrique, tend à faire pivoter l'axe moléculaire vers une direction parallèle au champ l'anisotropie est positive, ou normale au champ si elle est négative.

- la force diélectrique due au champ induit à l'intérieur du milieu par les charges, agissant au moyen de l'anisotropie diélectrique de la même façon que dans le cas précédent.
- l'effet de l'écoulement des charges en raison de l'anisotropie de la conductivité : $\sigma_{//} > \sigma_{\perp}$
  Toutes ces forces exercent sur les directions des molécules des actions de même sens ou de sens différents, dont résultent des effets désignés sous le nom d'instabilité électro-hydrodynamique ou également de "diffusion dynamique" (Denamic scattering mode) qui a été donné par le groupe de RCA (13).
- le mécanisme responsable de cette instabilité en excitation alternative à haute fréquence $f > f_c$ peut être considéré comme de même nature que dans le cas précédent, mais pour des champs électriques plus élevés; cependant, au seuil-optique, la déformation diffère complètement de celle observée à basse fréquence. En fait, l'étude sur ce régime n'est pas encore très complète ; il semble que le calcul est très complexe. Cependant, il y a quelques résultats expérimentaux qui ont été publiés récemment par le groupe d'Orsay.

Dans notre travail, nous avons effectué une étude expérimentale sur ce sujet en partant d'une structure cholestérique à alignement homéotrope le long des parois ; nous avons obtenu des déformations et des résultats plus ou moins comparables à ceux qui ont été obtenus par le groupe d'Orsay. Nos résultats mettent en évidence l'existence d'un effet mémoire optique dans lequel l'aspect des déformations dépend du rapport d/p entre l'épaisseur et le pas.

L'instabilité électro-hydrodynamique a été observée aussi bien dans les nématiques que dans les cholestériques.

II.3.2.1. - Effets électrohydrodynamiques dans les nématiques

L'étude présentée par Williams (12) a montré que l'action d'un champ sur un cristal liquide nématique d'anisotropie diélectrique négative, dont l'axe optique est parallèle aux parois, induit une déformation définie par des domaines : des lignes longues brillantes, qui seront détruites pour un champ plus fort. Ces domaines ont été interprétés par Carr (14) et Helfrich (15). Helfrich a donné également la condition pour que l'instabilité apparaisse :

$$(\varepsilon_{//} - \varepsilon_{\perp})\frac{\sigma_{\perp}}{\sigma_{//}} + \frac{K_1}{\eta_1}\varepsilon_{//}\left(\frac{\varepsilon_{\perp}}{\varepsilon_{//}} - \frac{\sigma_{\perp}}{\sigma_{//}}\right) > 0$$

et le champ-seuil qui induit la déformation de Williams :

$$E_c = \frac{E\,(1 + w^2\tau^2)}{\zeta^2 - (1 + w^2\tau^2)}$$

où τ est le temps de relaxation d'où $\tau = \dfrac{\varepsilon_{//}}{4\pi\sigma_{//}}$

E_0 est une constante d'origine élastique.

ζ est une constante sans dimension.

Une étude récente présentée par Dubois-Violette et al, (16) a complété cette théorie pour des champs alternatifs et a mis en évidence deux régimes différents selon la fréquence d'excitation inférieure ou supérieure à celle de la fréquence de relaxation des charges d'espaces f_c.

Pour $f < f_c$ le régime est appelé "conducteur"

Pour $f > f_c$ le régime est appelé "diélectrique"

II.3.2.2. - Effets électrohydrodynamiques dans les cholestériques

L'instabilité électrohydrodynamique est observée également dans les cholestériques mais le mécanisme ici est beaucoup plus compliqué du fait que d'autres déformations peuvent intervenir comme la torsion. Helfrich (37) a étendu son modèle pour les nématiques au cas des cholestériques (25) mais, uniquement en excitation continue. Hurault a généralisé récemment les résultats de Helfrich au cas de l'excitation alternative.

Les résultats de cette étude montrent l'existence d'une "tension-seuil" pour laquelle la déformation apparait lorsque le champ est appliqué parallèlement à l'axe hélicoïdal dans la structure planaire :

$$V_c = 8\pi^3 \frac{\varepsilon_{//} + \varepsilon_\perp}{\varepsilon_\perp} \frac{1 + w^2\tau^2}{\textcircled{H} + \varepsilon\, w\, \tau^2} \left(\frac{3}{2} k_2 k_3\right)^{1/2} \frac{d}{p}$$

où $\textcircled{H} = \varepsilon_a (\zeta^2 - 1)$ et $\zeta^2 - 1 = \frac{\sigma_{//} - \sigma_\perp}{\sigma_{//} + \sigma_\perp} \frac{\varepsilon_\perp + \varepsilon_{//}}{\varepsilon_\perp - \varepsilon_{//}}$

Pour $\varepsilon_a < o$, l'expression de v_c diverge pour $f = f_c$ d'où

$$f_c = 2 \sqrt{\zeta^2 - 1}\, \frac{\sigma_{//} + \sigma_\perp}{\varepsilon_{//} + \varepsilon_\perp}$$

L'instabilité à haute fréquence n'a pas encore été étudiée jusqu'à présent de façon théorique, mais des observations expérimentales ont été présentées par F. Rondelez et al (38).

CHAPITRE III

-/-

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

-/-

III. - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1. - Description de la cellule de mesure

Les cellules que nous avons préparées au cours de ce travail sont, en général, simples ; elles permettent facilement d'examiner les caractéristiques, les phénomènes et les déformations que nous observons avec ou sans le champ électrique dans les cristaux liquides ; elles permettent également d'obtenir un champ électrique distribué uniformément dans le milieu à étudier. L'ensemble de l'échantillon représente un condensateur plan dans lequel le cristal liquide joue le rôle du diélectrique.

Les dispositifs sont généralement formés de deux plaques de verre planes, parallèles entre elles portant des électrodes constituées de dépôts d'oxyde d'étain ou d'un mélange d'oxyde d'indium et d'oxyde d'étain ; les électrodes sont semi-transparentes, et leur résistance est d'environ 250 Ω carrés.

L'espacement entre les deux plaques est contrôlé par des cales de mylar, qui est un bon isolant électrique : $\varepsilon = 3.2$, $t_g \delta = 10^{-3}$ jusqu'à 10 KHZ (34) ; ces cales définissent l'épaisseur de la couche mince du cristal liquide, qui est de l'ordre de quelques microns à quelques dizaines de microns.

Deux sortes de dispositifs dans la même géométrie ont été réalisés :

- un dispositif simple, représenté sur la figure (III.1) constitué de deux plaques de verre portant des électrodes transparentes entre lesquelles se trouve la couche de cristal liquide. Les cales de mylar permettent de définir une surface utile de l'ordre de 2 à 4 cm2. Le champ électrique est perpendiculaire aux plaques. Cette géométrie permet d'observer la lumière en transmission. Les épaisseurs varient de 6 à 100 μm.

- le deuxième dispositif permet d'étudier les systèmes à adressage matriciel : L'une des plaques porte des électrodes horizontales (lignes), et l'autre porte des électrodes verticales (colonnes) de même pas. Chaque croisement d'électrodes constitue un élément matriciel.

Ces éléments sont adressés par coïncidence d'impulsions électriques sur les électrodes de lignes et de colonnes ; ceci est représenté sur la figure (III.2). Les électrodes sont réalisées par attaque ionique de la couche conductrice dont les zones utiles (électrodes) sont protégées par une résine. Les contacts entre les fils de connexion et les électrodes ont été réalisés par soudure à ultrasons.

III.2. - Méthodes d'orientation des phases mésomorphes

Expérimentalement, il est préférable de travailler sur une structure ordonnée et homogène à l'échelle macroscopique. En effet, il faut que les propriétés d'anisotropie ne varient pas d'un point à un autre, afin d'éviter que les mesures ne portent sur une moyenne relative à différentes orientations dans la zone

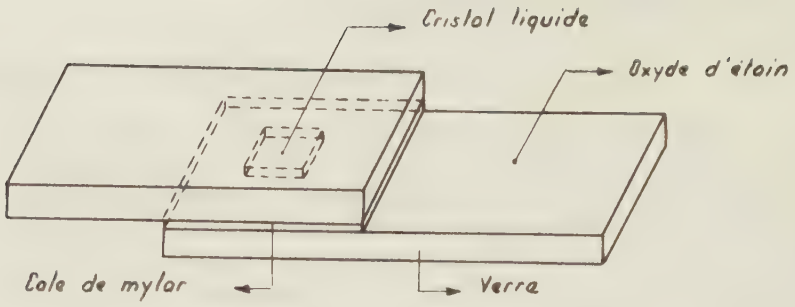


Fig. III.1 : Dispositif simple à cristal liquide

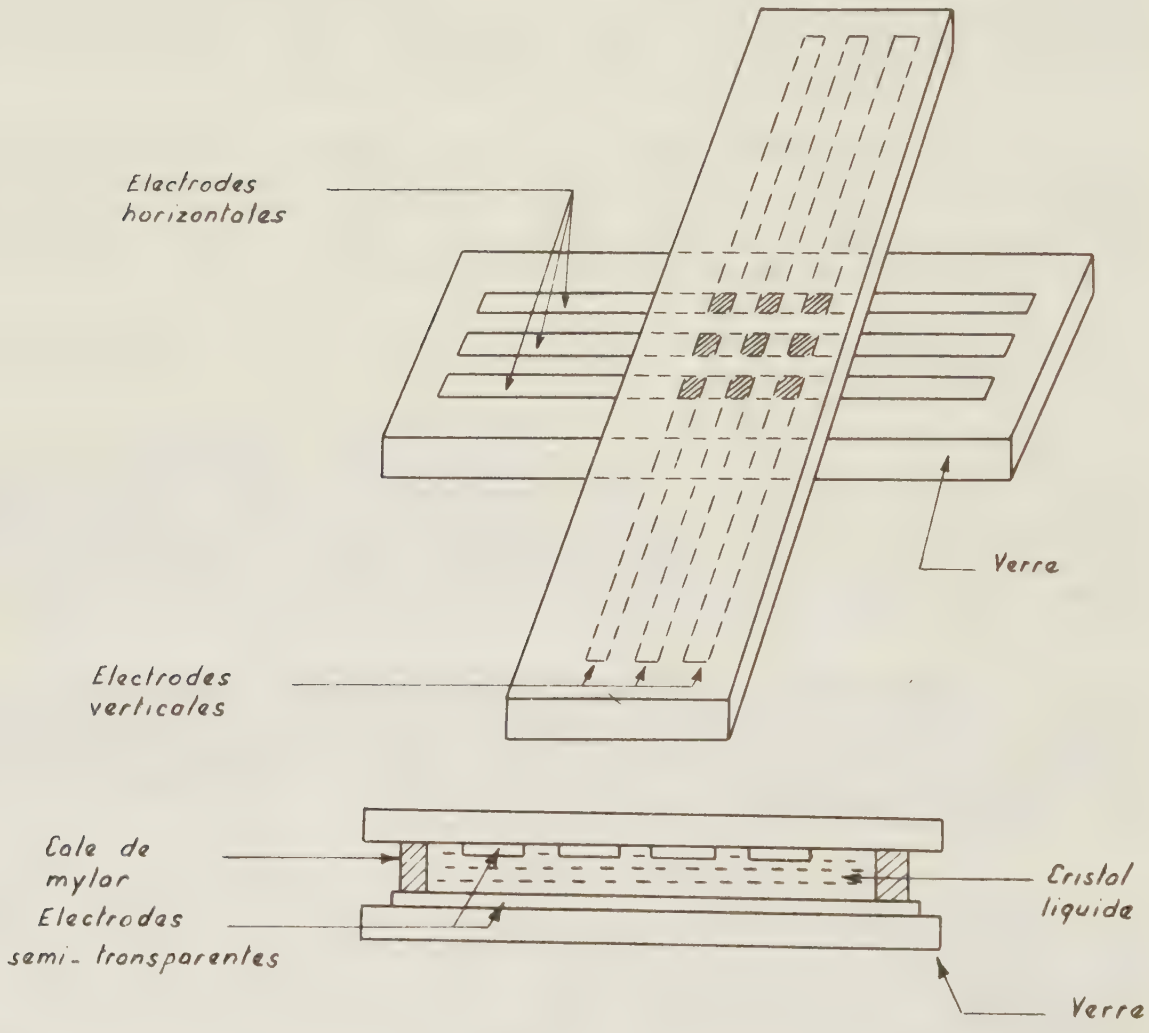


Fig. III.2 : Dispositif matriciel à cristal liquide

d'observation, ou qu'elles ne varient d'une cellule à l'autre ou d'une zone d'observation à une autre dans la même cellule. Il faut également que l'orientation des molécules soit bien définie par rapport à la direction du champ appliqué. Les propriétés électrooptiques sont souvent différentes suivant l'orientation.

Dans notre expérience, nous cherchons à obtenir les textures suivantes :

- une texture homéotrope dans le cas du nématique, les molécules sont orientées perpendiculairement aux parois et leur axe optique est normal à celles-ci.

- une texture planaire dans le cas du cholestérique, l'axe hélicoïdal est normal aux parois.

- une texture cholestérique à alignement homéotrope le long des parois, donnant une structure périodique.

Les méthodes utilisées actuellement sont nombreuses. Fréderic et al (39) ont donné un résumé historique bien détaillé sur la plupart de ces méthodes, comparant leur efficacité, leur stabilité dans le temps et leur facilité de mise en oeuvre. Nous nous contenterons ici de décrire les techniques d'orientation utilisées dans notre travail :

III.2.1. - Orientation par frottement mécanique

La technique est due à Chatelain (40) qui a montré que lorsqu'on frotte une surface de verre sur du papier à dessin ou du papier filtre dans une direction fixe environ une centaine de fois, après avoir nettoyé ce verre chimiquement (par l'éther ou par un flambage), ce traitement donne des préparations où les molécules se disposent parallèlement à la surface suivant la direction du frottement.

Les mécanismes qui ont été suggérés sont nombreux ; Chatelain (41) suggère que des molécules (impuretés) de corps gras (organiques) alignées par le frottement sur la surface provoquent à leur tour l'alignement des molécules de cristal liquide. Berreman (42) a montré que les micro-rayures forcent la direction moyenne des molécules à être dans le sens des sillons.

III.2.2. - Surfactants

La techniques ici est purement chimique. Elle consiste en un dépôt sur les parois de la cellule d'un produit ayant pour effet d'orienter les molécules de cristal liquide voisines, soit perpendiculairement, soit parallèlement à la surface, selon le type de surfactant choisi. Ces produits ont des molécules comportant deux parties : l'une ayant une affinité pour le matériau constituant les parois, sur lequel elle vient s'ancrer , l'autre interagissant avec les molécules de cristal liquide et leur donnant l'orientation voulue.

Nous avons utilisé dans nos cellules deux alkoxybilanes (43), qui permettent une orientation uniforme sur une grande surface de métal, de verre ou d'oxyde d'indium. Le premier

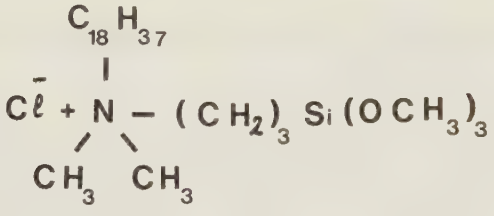
est le chlorure de N,N-diméthyl-N-octadécyl-3 amino propyl-triméthoxy silane, en abrégé DMOAP. Il possède une chaîne hydrocarbonée octadécyl qui s'oriente perpendiculairement au substrat, et force les molécules de cristal liquide à aligner leur grand axe dans la même direction.

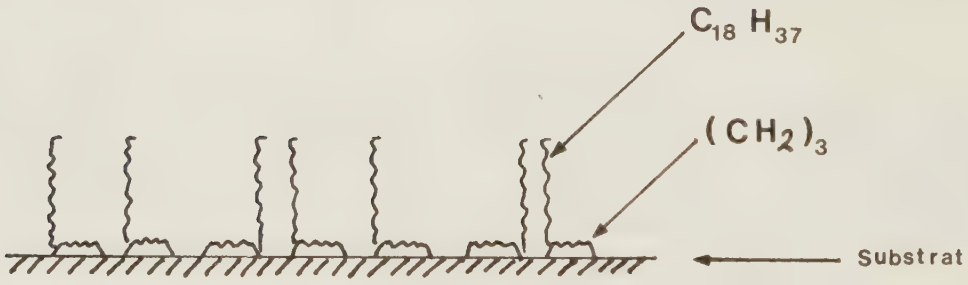
Le second est le N-méthyl-3-aminopropyltriméthoxy-silane, en abrégé MAP. La chaîne hydrocarbonée propyl se place parallèlement au substrat et force les molécules de cristal liquide à prendre le même alignement. (figure III.3).

La préparation du substrat se fait de la façon suivante : il est d'abord nettoyé, puis plongé dans une solution du produit surfactant (typiquement de concentration 0,1 % par volume dans l'eau distillée), dans laquelle il est agité, pendant quelques minutes ; il est ensuite rincé à l'eau distillée, puis séché dans un courant d'azote ; enfin il est placé dans un four pendant une heure à la température de 110° C environ.

D.M.O.A.P

(chlorure de N,N-dimethyl-N-octadecyl-3-aminopropyltrimethoxysilyl)





M.A.P.

(N-méthyl-3-aminopropyltrimethoxysilane)

Fig. (III.3) : Formules chimiques et dispositions des molécules des surfactants employés sur la surface des électrodes.

III.3. - Cristaux liquides utilisés

Au cours de ce travail nous avons utilisé un grand nombre de matériaux organiques présentant des phases mésomorphes, nous les subdivisons en deux groupes fondamentaux : Ceux qui présentent une phase cristal liquide nématique, et ceux qui présentent une phase cristal liquide cholestérique. Nous les avons utilisés comme des corps purs ou, le plus souvent, en mélanges. Il s'agit de produits du commerce, que nous nous procurons auprès de deux fournisseurs : Vari-Light et Eastman Kodak. Nous indiquerons pour chacun de ces produits les phases qu'il présente, les températures de transition, et les paramètres physiques fondamentaux.

- Corps nématiques :

P - méthoxy benzilidène P-n butyl aniline (MBBA) VARI LIGHT

N - (P-Ethoxy benzilidene) - P - butyl aniline (EBBA) EASTMAN KODAK

Carbonate de Butyl P - (P-Ethoxyphenoxycarbonyl) Phenyl EASTMAN KODAK

Mélange nématique n° 11880 EASTMAN KODAK

- Corps cholestériques :

Carbonate cholestérol et d'oléol (CCO) VARI-LIGHT

Nonanoate de cholestérol (NC) VARI-LIGHT

Oleate de cholestérol (OC) VARI-LIGHT

Chlorure de cholestérol (CC) VARI-LIGHT

Mélange cholestérique VL-401-R VARI-LIGHT

Erucate de cholestérol (EC) EASTMAN KODAK

Laurate de cholestérol (LC) EASTMAN KODAK

III.3.1. - Les phases nématiques

Les phases nématiques que nous avons utilisées existent entre deux températures T_1 et T_2, définies par deux transitions.

-P- methoxy benzididene P-n butyl aniline (MBBA)

C'est un composé très connu et très utilisé pur ou mélange avec d'autres composés, du fait que sa phase mésomorphe est à la température ambiante. Il est synthétisé depuis quelques temps . Ses transitions de phase sont les suivantes :

$$\text{Solide} \xrightarrow{20^\circ c} \text{nématique} \xrightarrow{48^\circ c} \text{liquide (isotrope)}$$

Sa formule chimique : $CH_3\ OC_6\ H_4\ CH : NC_6\ H_4\ C_4\ H_9$, ou

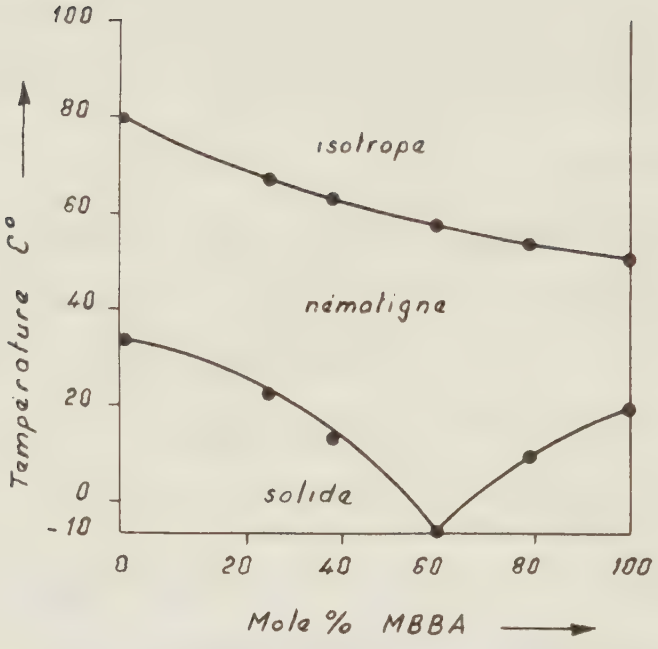


Fig. III.4 : Diagramme de phases des mélanges de MBBA + EBBA.

La constante diélectrique est négative

$\varepsilon_a = \varepsilon_{//} - \varepsilon_\perp < 0$ où $\varepsilon_{//} = 4,7$ et $\varepsilon_\perp = 5,2$

donc $\varepsilon_a = -0,5$ à 22° C

L'anisotropie de conductivité est positive

$\sigma_a = \sigma_{//} - \sigma_\perp > 0$ où $\sigma_{//} / \sigma_\perp = 1,5$

Les constantes élastiques ont été données par Haller (44)

$K_{11} = 5,3 \pm 0,5\ 10^{-7}$ C.G.S.

$K_{22} = 3,4 \pm 0,9\ 10^{-7}$ C.G.S.

$K_{33} = 7,9 \pm 0,8\ 10^{-7}$ C.G.S.

Le MBBA est actuellement utilisé dans la plupart des dispositifs d'affichages réalisés par l'industrie, habituellement en mélange avec d'autres corps nématiques.

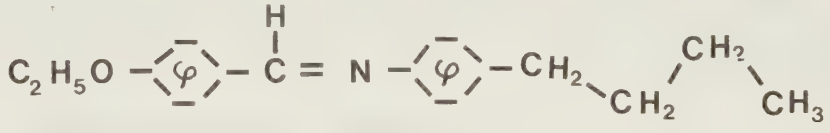
-(P-E thoxybenzilidene)-P-butyl aniline (EBBA)*

Ce composé présente également une seule phase nématique dont les transitions de phases sont les suivantes :

Solide $\xrightarrow{35°\ C}$ nématique $\xrightarrow{78°\ C}$ liquide (isotrope)

Sa formule chimique est $C_2 H_5 O C_6 H_4 CH : NC_6 H_4 C_4 H_9$

ou



La constante diélectrique est négative $\varepsilon_a = \varepsilon_{//} - \varepsilon_\perp < 0$

où $\varepsilon_a = -0,32$ et $\varepsilon_\perp / \varepsilon_{//} = 1,07$, $\varepsilon_{//} = 4,55$, $\varepsilon_\perp = 4,82$

à 25°C et à 1 KHz

L'anisotropie de conductivité est positive

$\sigma_a = \sigma_{//} - \sigma_\perp > 0$ où $\sigma_{//} / \sigma_\perp = 1,81$ et $\sigma_\perp = 1,7\ 10^{-11}$ ohm^{-1} cm^{-1} à 23°C et à 1KHz

On l'utilise principalement en le mélangeant avec la phase nématique MBBA pour élargir la gamme de température de la phase mésomorphe. Une étude a été présentée par Fishel (45), donnant le diagramme de phase, du mélange qui montre la variation des températures de changement de phase en fonction du taux de mélange, la figure III.4 montre en particulier l'abaissement de la température de solidification pour des proportions voisines de celles de l'eutectiques soit environ 60 % de MBBA et de 40 % de EBBA, ce qui permet d'obtenir la phase nématique dans une large gamme de température comprise entre - 10°C et 55°C.

* les caractéristiques sont données par EASTMAN-KODAK.

Carbonate de Butyl P- (P-Ethoxyphenoxycarbonyl) phenyl

Il présente une phase nématique avec les températures de transition suivantes :

Solide $\xrightarrow{56°C}$ nématique $\xrightarrow{87°C}$ liquide (isotrope).

La formule chimique est (46) :

Nous avons utilisé ce produit dans certains de nos mélanges.

- Mélange nématique : n° 11880 d'Eastman Kodak

Il s'agit d'un mélange que l'on trouve dans le commerce et dont la composition n'est pas indiquée. Les températures de transition sont - 1°C et 105°C. L'anisotropie diélectrique est négative $\varepsilon_a = \varepsilon_{//} - \varepsilon_\perp = -1,62$ où $\varepsilon_\perp / \varepsilon_{//} = 1,32$. Ces mesures sont données pour $\theta = 25°C$ et 1 KHZ.

L'anisotropie de conductivité est positive $\sigma_a > 0$ où $\sigma_{//} / \sigma_\perp = 1,5$ et $\sigma_\perp = 1,8\ 10^{-9}$ ohm^{-1} - cm^{-1} (25°C et 40 HZ).

Ce mélange est conçu pour les applications utilisant l'effet de diffusion dynamique. Nous avons initialement utilisé ce produit concurremment avec les mélanges que nous réalisions nous mêmes, mais comme il donnait des résultats très comparables, nous avons préféré utiliser ensuite des mélanges dont nous connaissions la composition.

III.3.2. - Les phases cholestériques

Nous avons utilisé ces phases en vue de réaliser des mélanges cholestériques-nématiques pour travailler avec des cholestériques à grands pas. Il est connu que les cholestériques purs ont des pas très faibles : de l'ordre de quelques milliers d'Angostrom ; avec les mélanges précédents nous avons obtenu des pas de l'ordre de quelques microns. Le pas étant inversement proportionnel, pour les faibles concentrations, jusqu'à 5 % environ, et même un peu au delà avec une assez bonne approximation, le produit CP de la concentration en cholestérique par le volume reste constant (47), c'est-à-dire que le pas est inversement proportionnel à la concentration.

- Carbonate de cholestérol et d'oléol (CCO)

Ce corps présente deux phases mésomorphes, l'une smectique l'autre cholestérique, les transitions de phases étant les suivantes :

Solide $\xrightarrow{10°C}$ Smectique $\xrightarrow{18°C}$ cholestérique $\xrightarrow{31°C}$ liquide (isotrope).

La formule chimique est :

$$C_{27}\ H_{45}\ OCOO\ (CH_2)_8\ CH = CH\ (CH_2)_7\ CH_3$$

Le pas naturel de la phase cholestérique est faible, de l'ordre de 3500° A°.

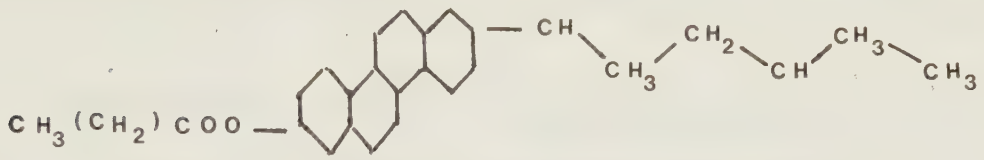
- Nonanoate de cholestérol (CN)

Ce produit présente également deux phases mésomorphes successives, smectique et cholestérique, avec les transitions suivantes :

Solide $\xrightarrow{74°C}$ smectique $\xrightarrow{76,3°C}$ cholestérique $\xrightarrow{92°C}$

liquide (isotrope).

La formule chimique est :



L'anisotropie diélectrique est négative, $\varepsilon_a < 0$ (49). Le pas de la phase cholestérique est de l'ordre de 5000°A.

- Oléate de cholestérol (CO)

Ce produit présente aussi deux phases mésomorphes successives en fonction de la température :

Solide $\xrightarrow{39°C}$ smectique $\xrightarrow{44°C}$ cholestérique $\xrightarrow{49°C}$ liquide

La formule chimique est :

$$CH_3\ (CH_2)_7\ CH = \quad CH\ (CH_2)_7\ COOC_{27}\ H_{45}$$

- Chlorure de cholestérol (CC)

Ce corps présente une seule phase mésomorphe avec les transitions suivantes :

Solide $\xrightarrow{95°C}$ cholestérique $\xrightarrow{96°C}$ liquide (isotrope).

- Erucate de cholestérol (EC)

La formule chimique est :

$$CH_3\ (CH_2)_7\ CH = CH\ (CH_2)_{11}\ COOC_{27}\ H_{45}$$

Ce corps possède uniquement une phase mésomorphe smectique.

Solide $\xrightarrow{45°C}$ smectique $\xrightarrow{50°C}$ liquide isotrope.

Cependant, en raison de la structure non centro-symétrique de ses molécules, il induit, lorsqu'on le mélange à un nématique, une structure hélicoïdale cholestérique.

- Laurate de cholestérol (LC)

La formule chimique est :

$C_{27}\ H_{45}\ OCO\ (CH_2)_{10}\ CH_3$

Ce produit donne deux phases successives en fonction de la température :

$$\text{Solide} \xrightarrow{77°C} \text{smectique} \xrightarrow{80°C} \text{cholestérique} \xrightarrow{89°C} \text{liquide}$$

- Mélange cholestérique VL 401 R (Vari-Light)

Il s'agit d'un mélange que l'on trouve dans le commerce et dont la composition n'est pas indiquée ; en le mélangeant avec des nématiques, nous avons pu observer des phénomènes analogues à ceux que l'on obtient avec les autres cholestériques.

III.4. - Appareillage utilisé dans la préparation des échantillons

Nous allons indiquer ici les principaux appareils que nous avons employés au cours de la préparation des échantillons.

- Le nettoyage de plaquettes se fait par un dispositif à ultra-sons permettant le rinçage en phase vapeur à l'aide de Fréon TF additionné du produit TWD ; le modèle est Branson (USA).

- La gravure des électrodes en oxyde d'indium et d'étain, avec dépôt préalable de résine se fait par l'attaque ionique en utilisant un module de pulvérisation cathodique ; le modèle de MRC (Matériel Research Corporation, USA), contenant un "cube tournant" et fonctionnant à la fréquence de 13,56 MHZ. L'attaque se fait à faible puissance : 100 W pendant 30 minutes pour ne pas recuire la résine de masquage, en présence d'Argon.

Le dépôt d'une couche très mince d'aluminium aux deux extrémités de la plaquette, qui sert à assurer la connexion, se fait à l'aide du même appareil par pulvérisation cathodique. La puissance utilisée est toujours 100 W.

L'appareil permet donc de faire l'attaque et le dépôt avec une très bonne adhérence et une grande homogénéité d'épaisseur.

- La connexion se fait par une machine à souder par ultra-sons dont le modèle est PRECIMECA (France) ; les fils d'Al utilisés ont des diamètres de 50 à 100 µ. Nous avons rencontré des difficultés pour souder directement sur les oxydes, et nous avons donc été amenés à utiliser des couches intermédiaires métalliques : Al - Cu - Au.

Cet appareil présente l'avantage par rapport à la soudure par thermocompression de ne pas nécessiter le chauffage des plaquettes.

III.5. - Banc de mesures optiques et système électronique de commande

Le montage expérimental utilisé pour les mesures électro-optiques est représenté sur la figure (III.5).

Le système optique est constitué des parties suivantes :

- une source lumineuse fournissant la lumière blanche.

- un diaphragme permettant de contrôler l'intensité de la lumière incidente.

- un photomultiplicateur relié à un oscilloscope à mémoire qui permet de mesurer la variation de la lumière transmise à travers la cellule de cristal liquide. La lumière tombe normalement sur les surfaces de l'échantillon.

Pour les mesures sur les écrans matriciels, nous avons utilisé d'abord le dispositif ci-dessus pour les systèmes à électrodes larges (2 mm), en ajoutant un diaphragme convenable. Pour l'étude des matrices à pas plus faibles (0,25 mm), nous avons remplacé le PM par un spotmètre ; cet appareil permet l'observation de surfaces très petites, mais par contre sa constante de temps empêche l'étude des variations rapides d'intensité lumineuse.

Le système de commande est un circuit électrique fournissant des signaux alternatifs à différentes fréquences ; les signaux à basse fréquence permettent d'attaquer la cellule dans le régime d'écriture, et les signaux à haute fréquence permettent d'assurer l'effacement de l'effet mémoire et de travailler dans le régime diélectrique.

Ce système est constitué des parties suivantes :

- un générateur d'impulsions carrées à basse fréquence (G.I) pour l'inscription.

- une bascule astable qui fournit des impulsions carrées à haute fréquence (B.A) pour l'effacement.

- un circuit d'interface (I.F) entre les alimentations à faible et forte tensions et la logique TTL, tel que la faible tension (V_o est de 0 à 60 volts) est modulée à la basse fréquence du générateur G.I et la haute tension (V_m est de 0 à 150 volts) est modulée à la haute fréquence de B.A ou à la basse fréquence de G.I.

- un système d'interrupteurs, qui sont désignés par (A) et (B), permettant de choisir le mode de commande : inscription et effacement et de déterminer le temps d'excitation pendant lequel le signal sera appliqué.

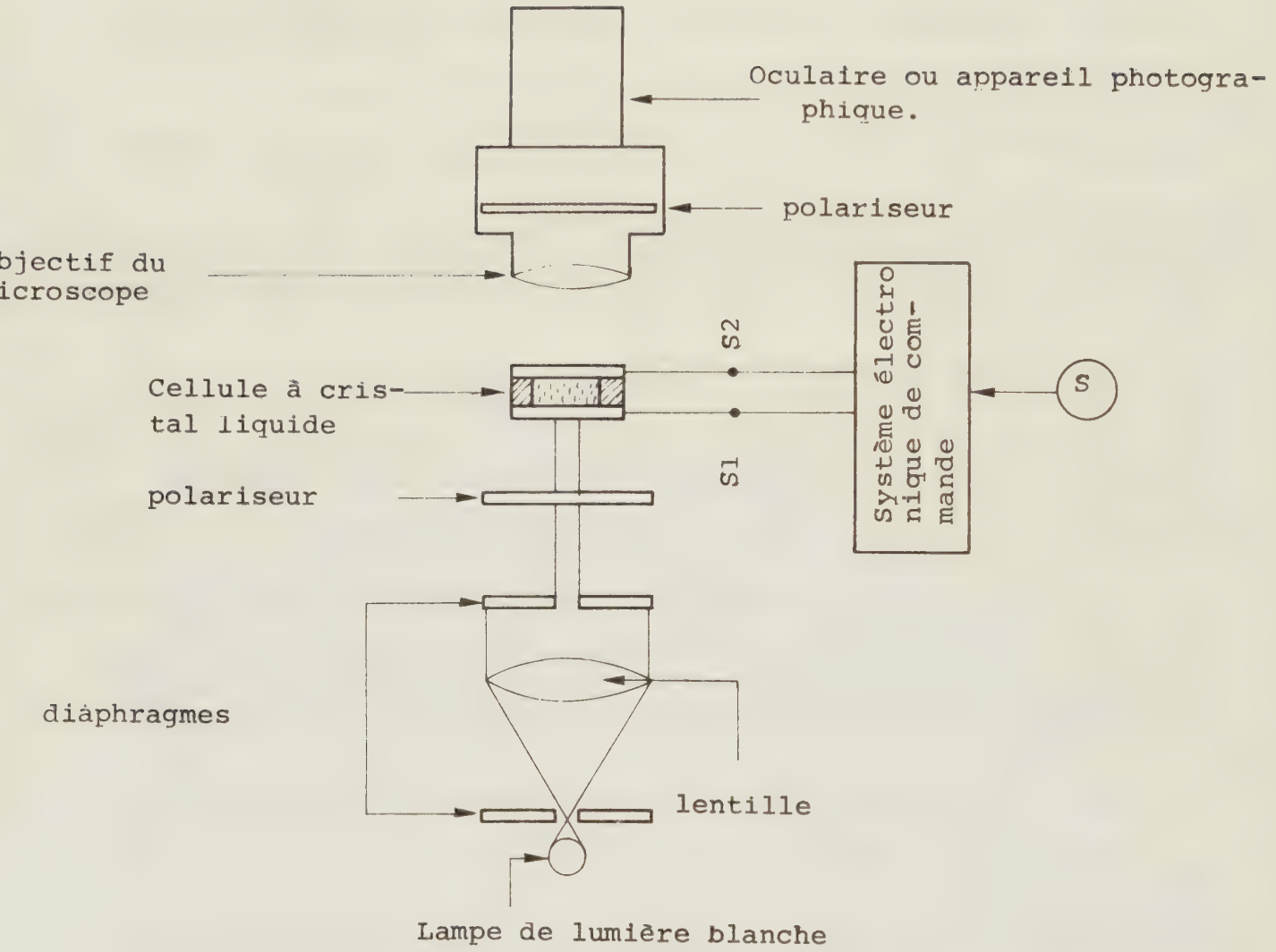
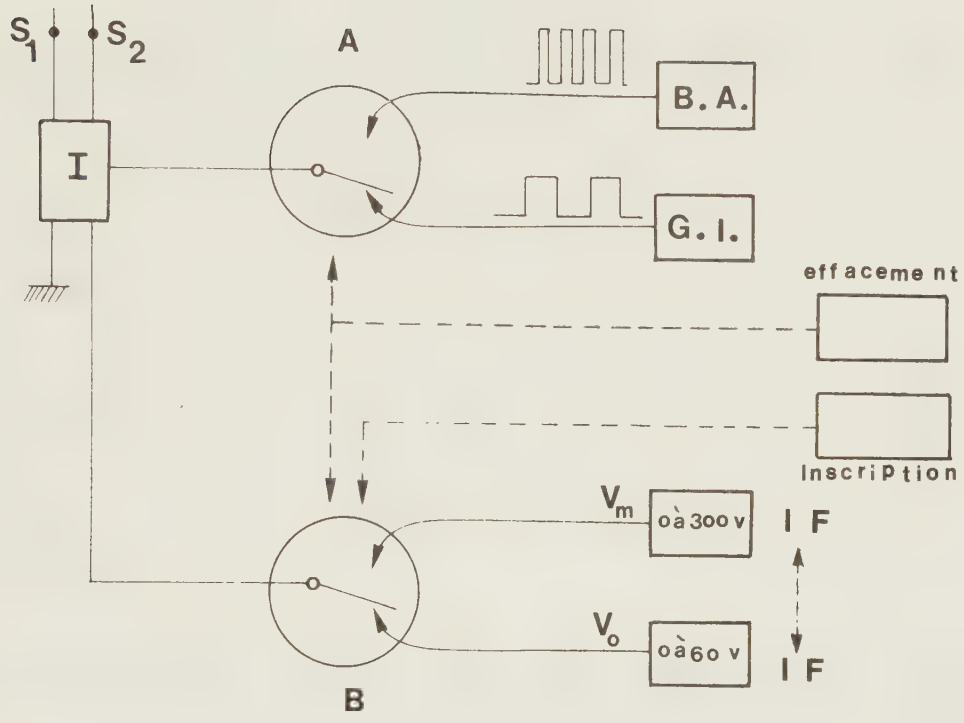


Fig. III.5.A : Montage schématique du système optique de mesure sous microscope.



S

Fig. III.5.B : schéma du système de commande

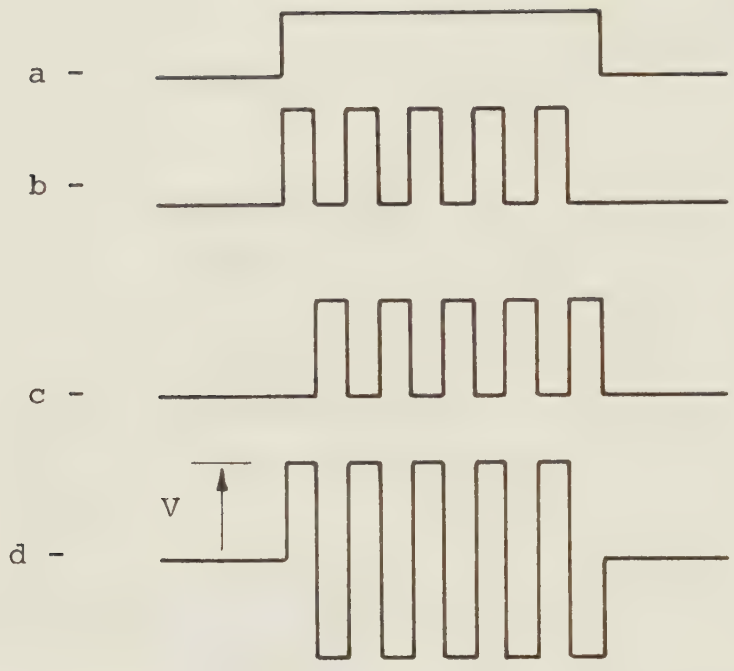


Fig. III.6 : Le diagramme des temps et des tensions des différents signaux délivrés par le système de commande.

a - le signal de porte qui définit le temps d'excitation

b - le signal de la sortie S_1

c - le signal de la sortie S_2

d - le signal de différence $S = S_1 - S_2$ appliqué sur le cristal liquide où l'amplitude V est inversée au rythme du générateur G.I. ou de la bascule astable B.A.

- un inverseur électronique, qui est désigné par I, permettant de changer la polarisation sur les électrodes de cellules.

Les deux sorties S_1 et S_2 du système de commande délivrent des impulsions rectangulaires en opposition de phase qui sont appliquées sur chacune des électrodes de la cellule de telle sorte que la différence de potentiel entre elles varie entre + V et - V comme le montre la figure (III.6), où V est la tension alternative soit du circuit V_o soit du circuit V_m.

La tension V_o proche de la tension de seuil est appliquée sur la cellule avant et après les impulsions de commande afin de simuler les impulsions parasites.

CHAPITRE IV

-/-

COMPORTEMENT DES MELANGES CHOLESTERIQUES-NEMATIQUES SOUS L'EFFET DU CHAMP ELECTRIQUE

-/-

IV. - COMPORTEMENT DES MELANGES CHOLESTERIQUES-NEMATIQUES SOUS L'EFFET DU CHAMP ELECTRIQUE

IV.1. - Introduction

Nous étudions ici essentiellement les caractéristiques et les comportements des mélanges "cholestériques-nématiques" sous l'effet du champ électrique alternatif ainsi que les effets et les aspects optiques produits.

Les matériaux cristaux liquides examinés dans cette étude, soit cholestériques , soit nématiques ont été mentionnés au chapitre précédent. Nous nous sommes bornés à utiliser les produits présentant une anisotropie diélectrique négative $\varepsilon_a < 0$ et une anisotropie de conductivité positive $\sigma_a > 0$. Les dispositifs d'observation optique et les cellules avec leurs montages sont aussi décrits au chapitre précédent. Nous avons employé une chambre chauffante très simple, permettant de faire varier la température ambiante jusqu'à 45° C seulement, car tous les mélanges réalisés sont mésomorphes à la température ambiante.

Le système électronique de commande peut fournir deux types différents de tensions alternatives : l'une est appliquée de façon continue et commandée manuellement en agissant sur l'alimentation continue ; la tension est limitée à une valeur de 60 volts ; l'autre est appliquée sous une forme impulsionnelle dont la durée est contrôlée électroniquement de façon que ce temps soit de l'ordre de quelques m.s et que l'amplitude puisse atteindre 150 volts.

Les cristaux liquides nématiques sont actuellement très étudiés aussi bien sur le plan théorique que sur le plan expérimental ; mais nous présentons tout de même les études systématiques parues à ce jour ; de plus nous allons présenter quelques résultats expérimentaux que nous avons effectués parallèlement dans le but d'effectuer une comparaison avec les résultats obtenus à partir des mélanges cholestériques-nématiques.

Lorsqu'on applique un champ électrique sur une couche mince de nématique, celle-ci réagit de façon différente en fonction de la nature du champ appliqué : soit continu, soit alternatif, et des propriétés physiques de la phase nématique.

L'étude sur les cristaux liquides cholestériques, notamment les mélanges cholestériques-nématiques, est à l'heure actuelle peu avancée. Il semble que cette phase soit intéressante pour les applications à la visualisation. En effet G. Heilemier (7) a observé pour la première fois, l'existence d'un effet mémoire optique à partir d'un mélange cholestérique-nématique, et cet effet est réversible et effaçable. C'est pour cette raison que nous reprenons l'étude expérimentale de celui-ci pour mettre en évidence une application originale décrite dans le but de cette étude.

L'explication donnée par Heilemier à cet effet mémoire optique à la création d'un état d'émulsion entre les deux phases nématique et cholestérique et cet état peut être rompu par un champ électrique à haute fréquence. Cette explication simple a été écartée récemment par Rondelez et al (51) qui ont suggéré que cet effet est dû au basculement de l'axe hélicoïdal de la structure cholestérique planaire (les molécules sont parallèles aux parois) dans le sens horizontal : parallèle aux parois, dans un régime de forte excitation en utilisant un champ magnétique ou électrique à basse fréquence. Une autre étude, donnée par W. Haas et al (29), avait indiqué que sous l'effet du champ, l'axe hélicoïdal, d'un mélange nématique-cholestérique, perpendiculaire aux lames substrats au repos, peut basculer de 90° en devenant parallèle aux lames après avoir cassé les plans "Grandjean" - planaire -. Ce basculement conduit à la texture de coniques - focales et celle-ci reste longtemps après que le champ appliqué ait été coupé. D'autre part, il y a très peu d'études qui soient parues, consacrées à caractériser cet effet en essayant de définir expérimentalement les propriétés qui peuvent être produites.

Dans notre travail, nous nous sommes attachés à poursuivre cette étude expérimentale sur des mélanges nématiques-cholestériques, et à caractériser la plupart des paramètres concernant cet effet en excitation électrique alternative dont la fréquence peut varier dans une grande gamme : de 1 HZ à quelques KHZ.

Dans ce chapitre nous allons étudier les points suivants :

- le comportement à basse fréquence de trois structures différentes : nématique, mélange nématique-cholestérique dont la structure est basculée (homéotrope le long des parois), et le même mélange avec l'axe hélicoïdal perpendiculaire aux parois. Les deux dernières structures seront modifiées par la concentration en cholestérique. Nous allons présenter une nouvelle transition trouvée à faible concentration sous certaines conditions.

- le comportement à haute fréquence pour les mêmes phases et pour les mêmes étapes indiquées précédemment.

- la dépendance de la tension-seuil en fonction de la fréquence pour les trois phases précédentes.

- enfin l'influence de la température sur la tension-seuil.

Nos résultats seront présentés par des courbes expérimentales et accompagnés d'observations microscopiques montrant l'aspect optique du développement de la structure examinée ; nous donnerons également des définitions concernant par exemple la tension de seuil, la fréquence critique. Finalement une discussion détaillée sera présentée.

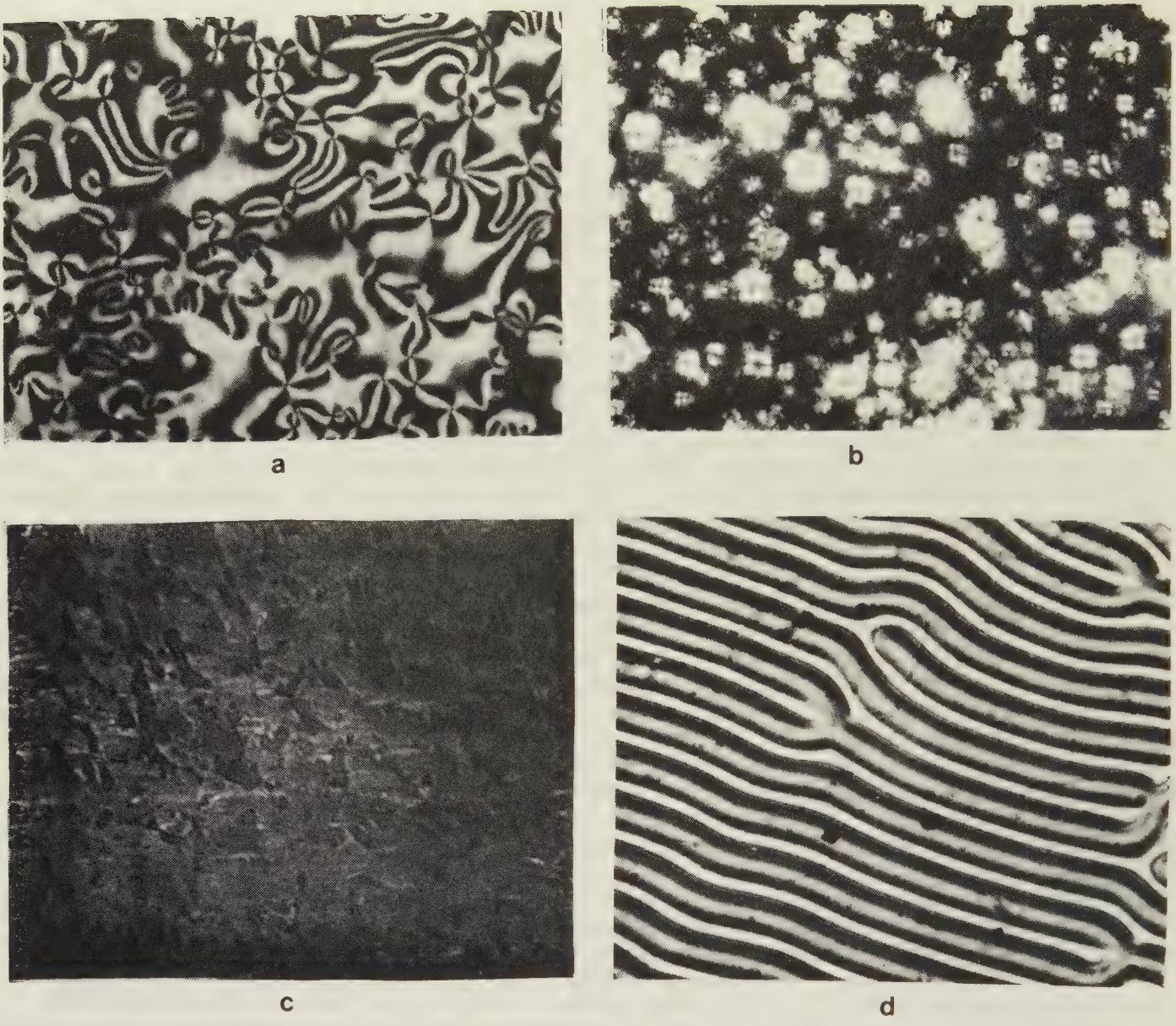


Fig. IV.1. :

L'aspect optique de deux mésophases: cholestérique et nématique ; l'observation est effectuée sous un microscope optique en lumière transmise polarisée, dont le grossissement est de l'ordre de 400 fois.

a) structure nématique dont l'alignement moléculaire est parallèle aux parois •

b) structure nématique dont l'alignement moléculaire est homéotrope (perpendiculaire aux parois) ; la photo montre de disclinations vis •

c) structure cholestérique planaire ; l'alignement moléculaire est parallèle aux parois. La structure devient parfois semblable à celle de nématique (a) •

d) structure cholestérique basculée : homéotrope le long des parois, constituée des lignes brillantes équidistances

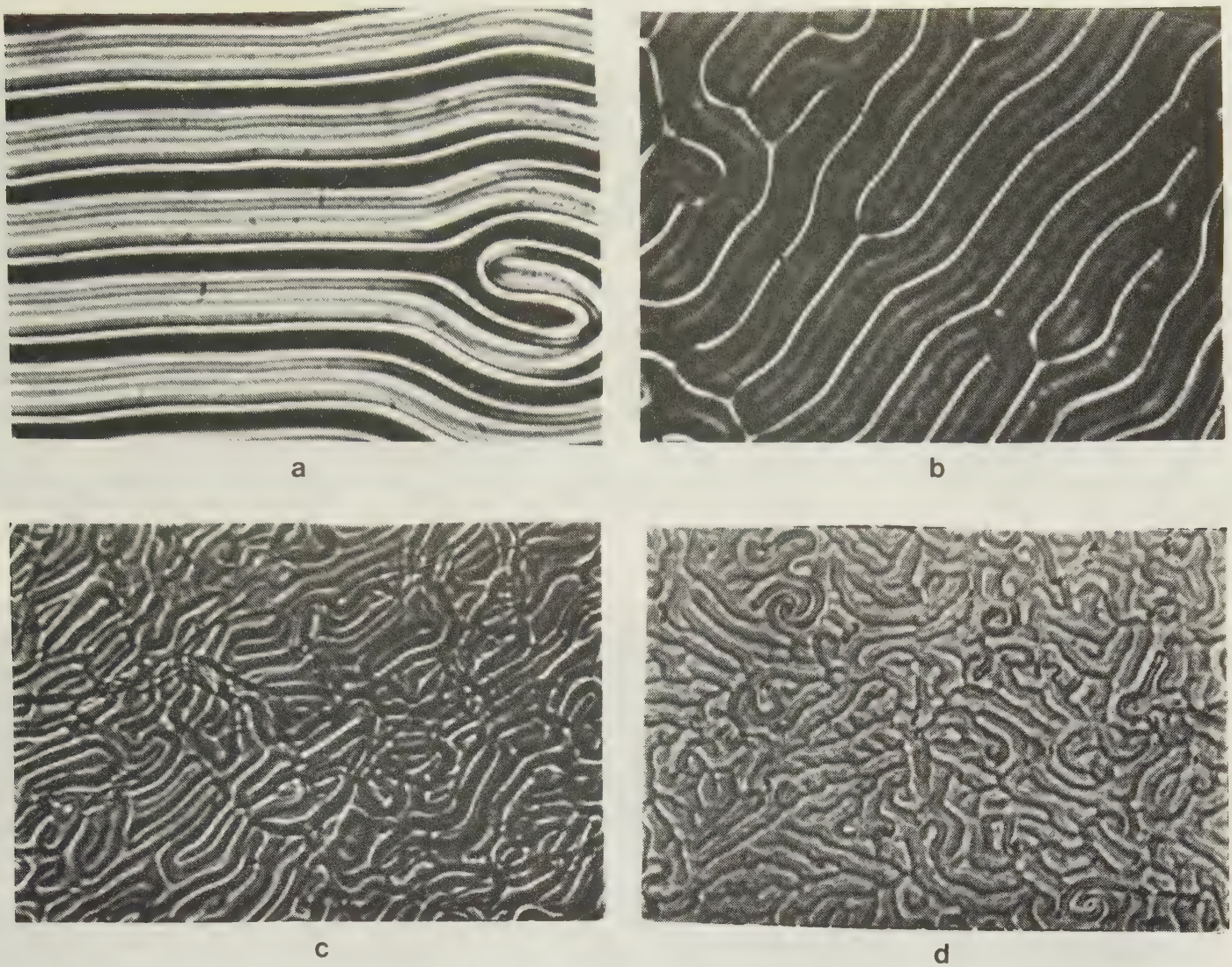


Fig. IV.2. A :

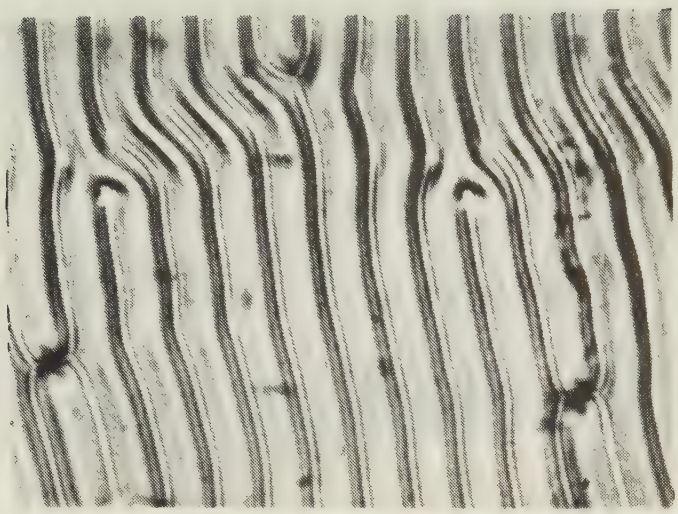
L'aspect initial de la structure cholestérique basculée.

Le mélange utilisé est de : MBBA + EBBA + NONANOATE de CHOLESTEROL.

a - le pas P = 19,5 µm ; la concentration en cholestérique est de 1 %
b - le pas P = 10,5 µm ; la concentration en cholestérique est de 2 %
c - le pas P = 4,4 µm ; la concentration en cholestérique est de 5 %
d - le pas P = 3,7 µm ; la concentration en cholestérique est de 8 %

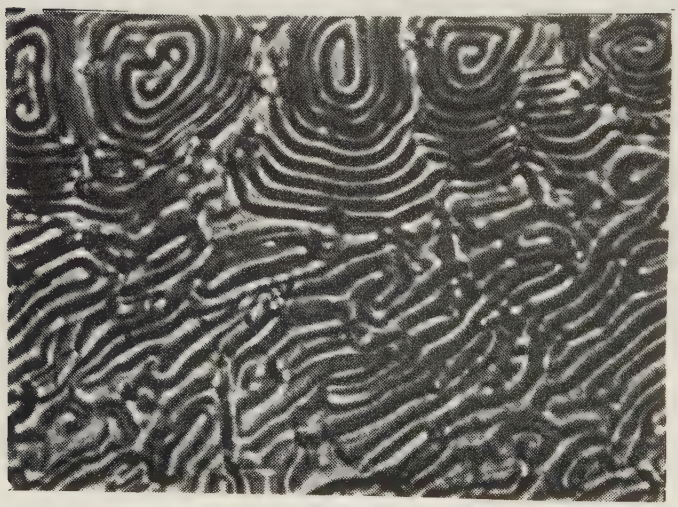
L'épaisseur de la cellule est d = 6 um. Grossissement G = 400 X.

Température Θ = 20° à 21° C.

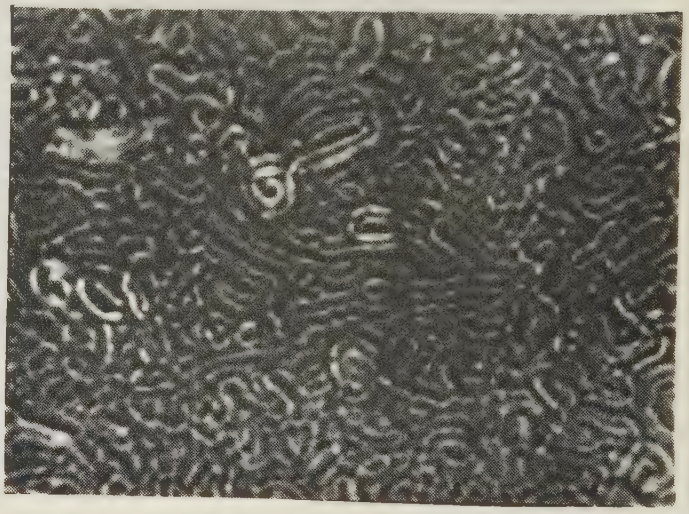


a

b



c



d

Fig. IV.2. B :

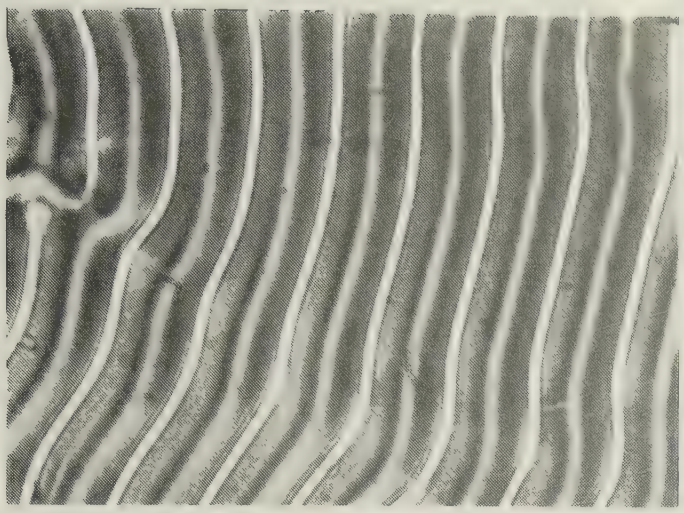
L'aspect initial de la structure cholestérique basculée.

Le mélange utilisé est constitué de : MBBA + EBBA + CARBONATE de CHOLESTEROL et d'OLEOL.

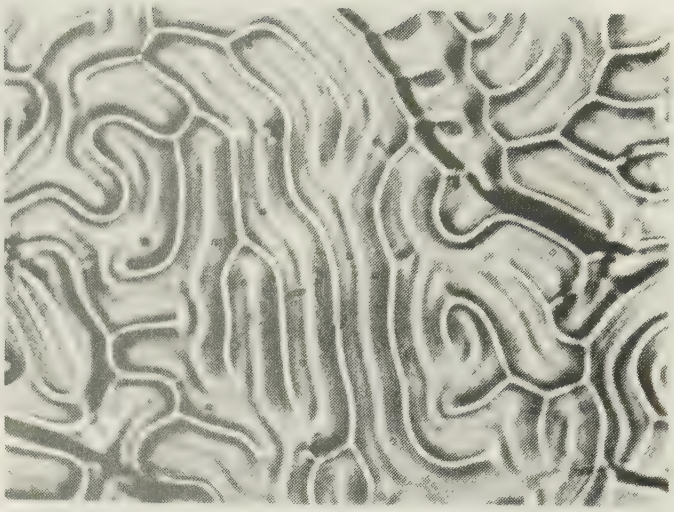
a - Le pas P = 13 µm ; la concentration en cholestérique est de 2 %
b - Le pas P = 8 µm ; la concentration en cholestérique est de 5 %
c - Le pas P = 5 µm ; la concentration en cholestérique est de 8 %
d - Le pas P = 2,7 µm ; la concentration en cholestérique est de 10 %.

L'épaisseur de la cellule d = 6 um. Grossissement G 400 X.

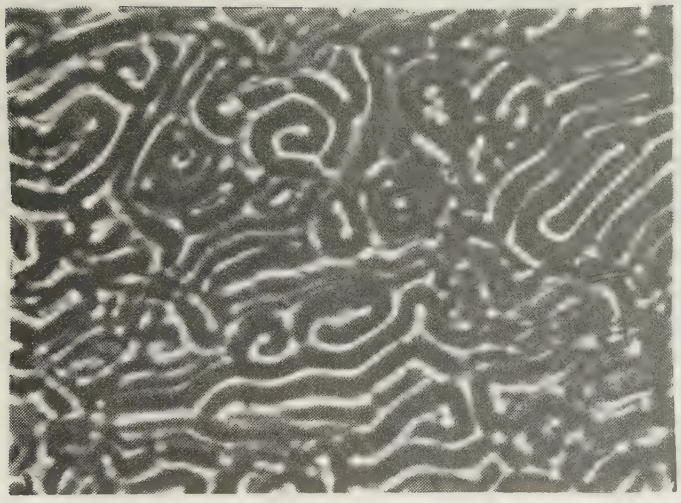
Température Θ = 20° à 21° C.



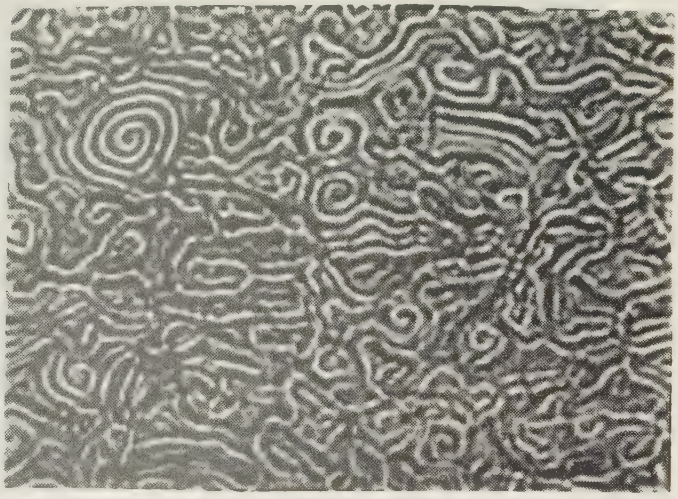
a



b



c



d

Fig. IV.2. C :

L'aspect initial de la structure cholestérique basculée.

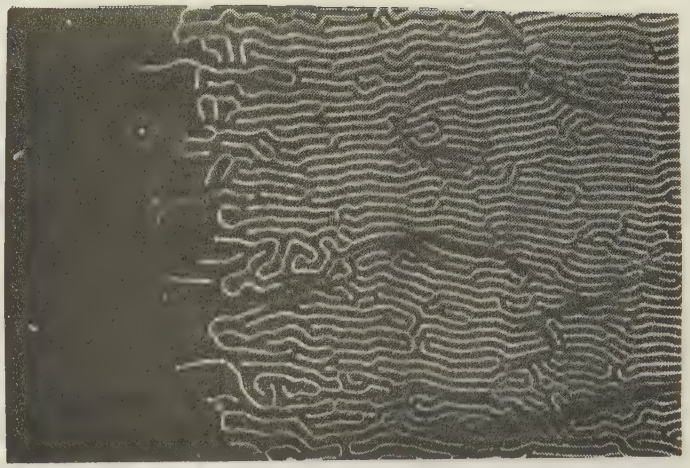
Le mélange utilisé est constitué de MBBA + EBBA + CHLORURE de CHOLESTEROL.

a - Le pas P = 25 µm ; la concentration en cholestérique est de 1 %
b - Le pas P = 9,8 µm ; la concentration en cholestérique est de 2 %
c - Le pas P = 5,2 µm ; la concentration en cholestérique est de 5 %
d - Le pas P = 3,3 µm ; la concentration en cholestérique est de 8 %

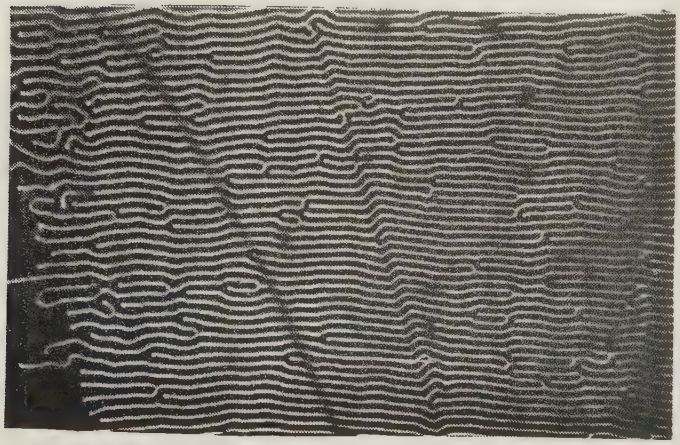
L'épaisseur de la cellule d = 6 um. Grossissement G = 400 X.

Température Θ = 20° à 21° C.

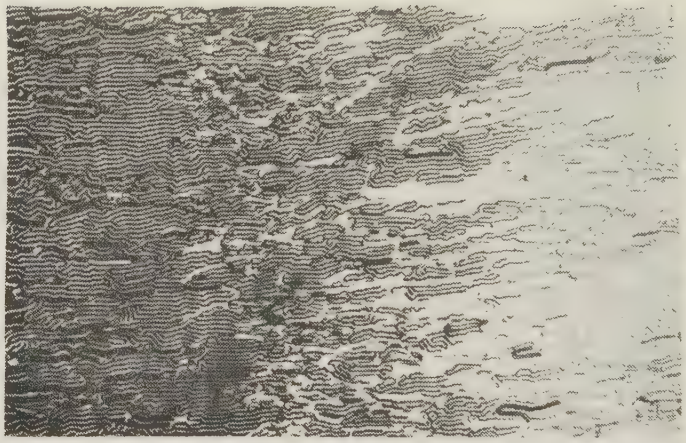
a



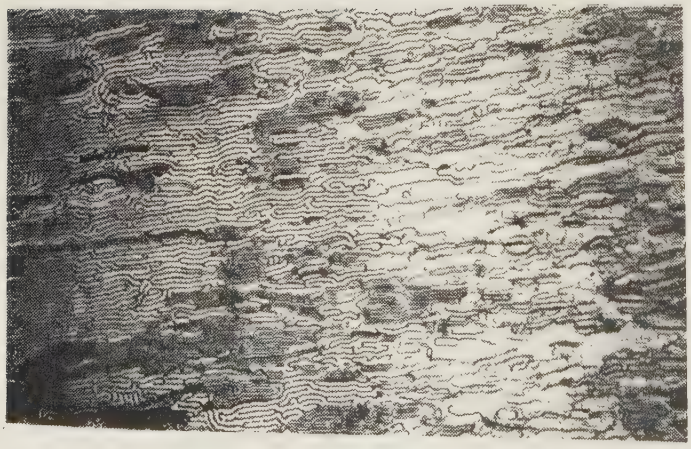
b



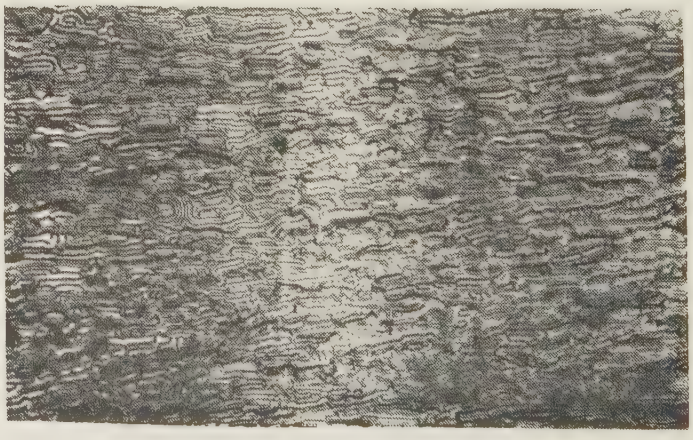
c



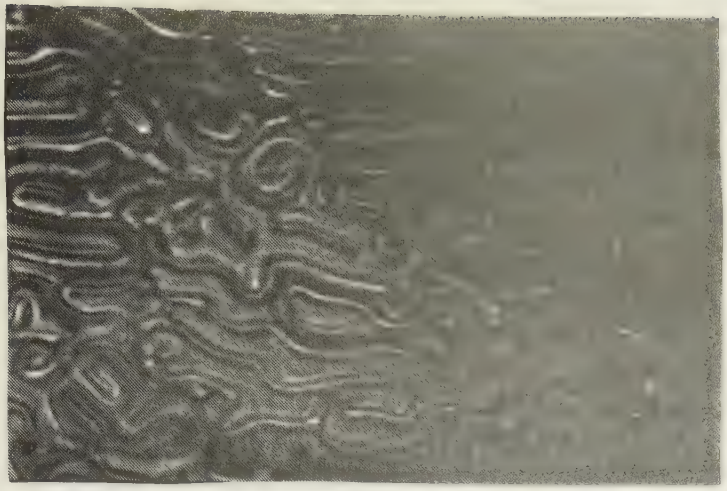
d



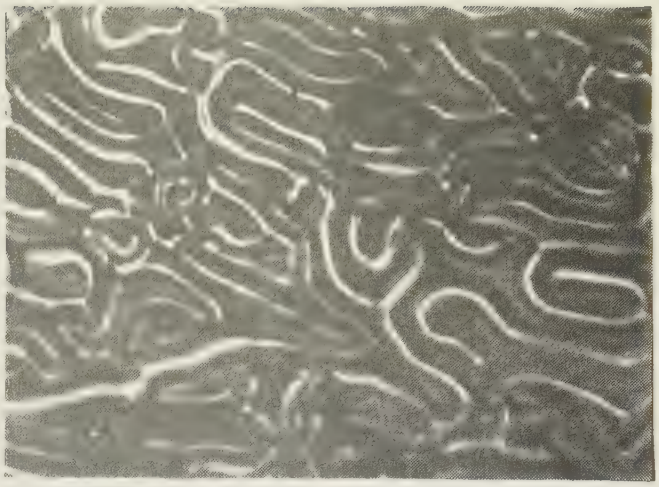
e



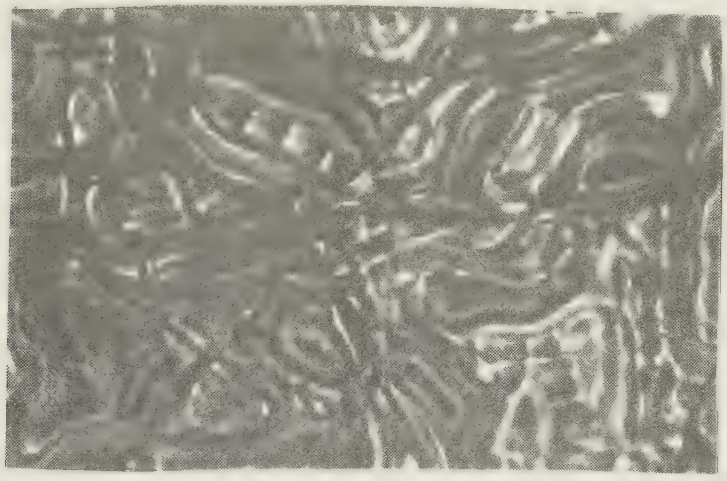
f



g



h



i

Fig. VI.3 :

L'aspect microscopique de la structure cholestérique basculée (homéotrope le long des parois), pour un mélange de MBBA + EBBA + NONANOATE DE CHOLESTEROL (2 %), lorsque l'épaisseur de la cellule est variée de 1 µm à 70 µm. La déformation observée dépend fortement du rapport d'épaisseur d sur le pas p :

a) $d/p \ll 1$: structure homéotrope (noir entre deux polariseurs croisés).

b) $d/p \simeq 1$: structure de filaments. C à f, d/p est de 1 à 2 environ : structure de lignes brillantes équidistances. g à i, $d/p \geqslant 3$: structure très déformée et illisible.

- Grossissement G = 256 X. Température ambiante.

IV.2. - Résultats expérimentaux

Nos résultats ont traité deux parties fondamentales : une partie liée au régime basse fréquence défini par la gamme de 1 HZ $< f < f_c$ (fréquence critique) qui sera décrite ultérieurement, et l'autre partie liée au régime haute fréquence $f > f_c$. Le champ électrique utilisé est donc alternatif ; celui-ci permet d'éviter théoriquement l'injection des charges par les électrodes et d'augmenter la durée de vie des matériaux employés.

Les avantages apportés par l'introduction de différentes concentrations de cristal liquide nématique dans les mélanges "ch.-n." sont :

- le variation du pas par rapport à celui du cholestérique pur, qui devient de l'ordre de quelques micromètres au lieu de quelques milliers d'Angstrom. Ceci permet d'observer aisément la structure sous microscope optique et de changer les phénomènes induits dans les mélanges.
- l'augmentation du niveau de diffusion de la lumière en présence du champ.

- la diminution de la tension d'excitation par rapport à celle du cholestérique pur.

- l'apparition de l'effet "mémoire" qui est une condition essentielle.

Les mélanges "nématiques-cholestériques" présentent toujours une mésophase active optiquement cholestérique, même pour de faibles concentrations en cholestérique. Or les mésomorphes examinées sont constituées de trois états différents : une phase nématique dont l'axe optique est perpendiculaire aux parois (homéotrope), une phase cholestérique dont l'axe hélicoïdal est basculé parallèlement aux parois, et une phase cholestérique planaire dont l'axe hélicoïdal est perpendiculaire aux parois.

L'état initial des structures précédentes est présenté sur la figure (IV.1). La microphotographie (d) présente la structure cholestérique basculée , constituée par des lignes brillantes périodiques ; la distance entre deux lignes successives correspond au demi-pas. Cette texture présente un état particulier ; nous parlerons plus tard des autres textures observées dans cette configuration.

La microphotographie (C) présente la structure cholestérique planaire ; elle montre sous microscope une apparence claire ; on observe quelques défauts dus au mode de préparation (Frottement). La photo (a) présente la structure nématique planaire, et la photo (b) présente la structure nématique homéotrope qui montre la prépondérance de la couleur noire (entre deux polariseurs croisés) ; on observe également des défauts des "disclinations vis" dont les molécules sont orientées dans le plan de la figure ; les lignes indiquent la direction moyenne de leur orientation, au centre, aucune direction n'est définie, ce sont les extrémités des lignes de disclinations.

Dans le cas de cholestérique basculé (fig. IV.1.d), nous précisons que sa structure n'est pas toujours régulière. A cet égard nous avons fixé l'épaisseur et fait varier le pas (fig. IV 2) puis nous avons fixé le pas et fait varier l'épaisseur (Fig. IV.3). Dans les deux cas nous avons observé des déformations aux mêmes aspects. C'est

donc le rapport entre l'épaisseur d et le pas p qui détermine l'aspect initial de la déformation.

Prenons par exemple la figure (IV.3) qui présente une série des photos microscopiques, nous voyons l'évolution de la déformation successivement en fonction de l'épaisseur pour un pas donné : P est de l'ordre de 10 µm.

Pour un rapport $d/p < 1$, on observe la déformation homéotrope dans laquelle les molécules s'orientent dans l'ensemble perpendiculairement aux parois, (cf. fig. IV.3.a).

Pour un rapport $d/p \simeq 1$, on observe brusquement l'apparition de filaments sensiblement équidistants (fig. IV.3.b).

Pour un rapport d/p compris entre 1 et 2, on observe des structures uniformes périodiques (IV.3.c à f) constituées de lignes brillantes analogues à celles qui ont été présentées dans la figure (IV.1.d).

Pour un rapport d/p au dessus de 3, les déformations deviennent de plus en plus complexes (IV.3.9.h), et la structure correspondante est analogue à celle de coniques-focales. Mais pour un rapport élevé, la déformation est d'apparence complexe et assez désordonnée (cf. Fig. IV.3.i).

Dans le cas de la structure périodique, nous avons observé le même aspect par la mise au point à différentes profondeurs dans l'épaisseur de la structure, excepté un très léger déplacement des lignes brillantes. L'apparence externe de cette structure est quasi-transparente.

IV.2.1. - Comportement à basse fréquence

Quelle que soit la mésophase utilisée et entre deux lames couvertes par des couches très minces de conducteurs semi-transparents, elle va se modifier à sa façon, lorsqu'on applique un champ (électrique dans notre cas) sur ces lames. Cette modification dépend fortement de la fréquence du champ appliqué et des propriétés physiques de la phase mésomorphe. Etant donné que nous utiliserons dans cette partie un champ électrique à basse fréquence, nous n'observons que l'alignement hydrodynamique dû à l'écoulement des impuretés. La fréquence donc doit être inférieure à une fréquence typique définie par la relaxation des charges f_c (elle sera décrite optiquement et théoriquement plus loin). L'application du champ va créer également des effets électro-optiques intéressants pour des tensions données dites "tensions-seuils" (ceci sera étudié en détail). Ces effets dans tous les cas sont appelés régime de diffusion dynamique dû au nom original (dynamic scattering mode) en abrégé (D.S.M.) nom donné par G.H. Heilmier (13). En réalité cet effet présente actuellement un grand intérêt pratique notamment pour les dispositifs d'affichage.

IV.2.1.1. - Cas des nématiques à structure homéotrope

Ce cas avait été bien étudié par plusieurs auteurs, il est largement connu, nos résultats à ce sujet seront donc donnés

brièvement dans le seul but d'établir des comparaisons avec d'autres mélanges nématiques-cholestériques.

La cellule est observée avec un microscope optique polarisé, l'apparence de l'état initial (sans champ) est noire quand les polariseurs sont croisés, et transparente quand ils sont parallèles.

En présence du champ la structure homéotrope (noire) demeure jusqu'à une valeur donnée pour laquelle l'axe des molécules commence à basculer.
A ce moment là nous observons un spectre de couleurs qui apparait progressivement en fonction de la tension. Pour cette déformation c'est le régime diélectrique qui joue le grand rôle car la conductivité électrique est très faible, pour cette raison, nous n'avons pas observé l'effet hydrodynamique pour ces faibles valeurs du champ.

L'existence d'une tension-seuil est vérifiée par la théorie de Frank selon laquelle cette tension-seuil est :

$$V_c = 2\pi \sqrt{\pi k_{33} / |\xi_a|} \qquad \text{en C.G.S.}$$

où K_{33} est la constante élastique en flexion.

Cet effet est appelé "déformation of aligned phases", en abrégé (DAP), ou très couramment electrically controlled birefringence . Il est basé sur le retard entre les rayons ordinaire et extraordinaire de la lumière transmise.

Lorsque le basculement moléculaire devient complet, pour une tension un peu plus élevée, la structure correspondante est homogène, ce que nous avons observé à l'échelle microscopique, cette structure est présentée sur la figure (IV.4.f).

Lorsqu'on fait augmenter la tension appliquée, on atteint un autre type de déformation. En effet, pour une certaine tension nous observons des lignes brillantes présentant le domaine de Williams. Cette déformation définit le seuil-optique (Fig. IV.5.a), au delà duquel nous commençons à observer le mouvement hydrodynamique qui montre au microscope une agitation très compliquée pour laquelle la cellule se met à diffuser la lumière transmise, celle-ci se montre translucide à l'oeil nu (cf. Fig. IV.6.a). Quand on fait croître la tension appliquée, l'apparence de la cellule devient opaque (cf. Fig. IV.7.c). Si on coupe le champ appliqué la cellule retourne rapidement à l'état transparent initial.

IV.2.1.2. - Cas du cholestérique (un mélange ch. + n.), l'axe hélicoïdal étant perpendiculaire aux parois (structure planaire).

La préparation d'alignement moléculaire se fait par la méthode de CHATELAIN: en frottant les deux surfaces qui limitent le petit volume de cristal liquide. La cellule est observée

avec un microscope optique polarisé. L'apparence de l'état initial (sans champ) est claire (cf. fig. IV.1.c.).

En présence du champ, cet état clair demeure jusqu'à une valeur donnée pour laquelle on commence à apercevoir la formation de lignes brillantes constituant un réseau carré périodique correspondant aux déformations induites par l'effet du champ à basse fréquence. Une photographie microscopique dans la figure (IV.8.a) illustre ce réseau. L'irrégularité de ce réseau obtenu est due au fait que le frottement n'est pas parfait. La tension provoquant ce type de déformation est appelée tension-seuil optique.

L'interprétation de cette déformation est donnée de façon convaincante par F. Rondelez, et H. Arnould (51) ; ils disent que les lignes brillantes sont des focales d'images optiques de la source lumineuse située à l'infini et observée à travers la structure distordue de cristal liquide qui joue le rôle de lentille.

La mise au point à différentes profondeurs à travers l'épaisseur de la cellule montre que le réseau carré périodique reste essentiellement inchangé.

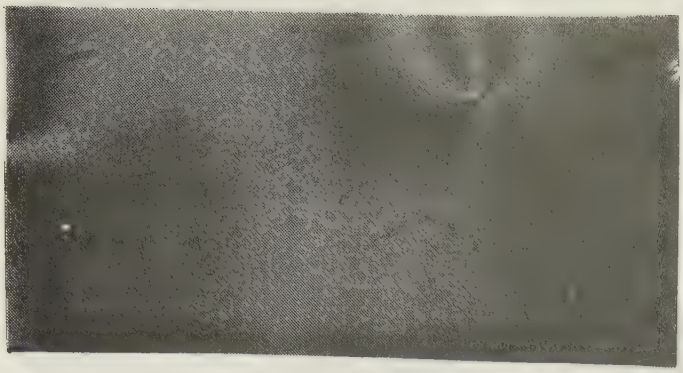
Nous signalons que la tension-seuil ainsi que la période de la déformation dépendent de la fréquence d'excitation : ceci sera étudié de façon plus précise.

Lorsqu'on fait croître la tension lentement une nouvelle déformation apparait. Cette déformation est constituée par des lignes brillantes équidistantes, distordues, en spirales qui envahissent toute la surface pour une certaine tension, cette structure, analogue aux autres, est une structure appelée polygonale. Mais on ajoute ici que cette déformation (structure spiralée) indique le basculement de l'axe hélicoïdal vers le sens parallèle aux parois puisque nous l'observons par la tranche pour une lumière transmise.

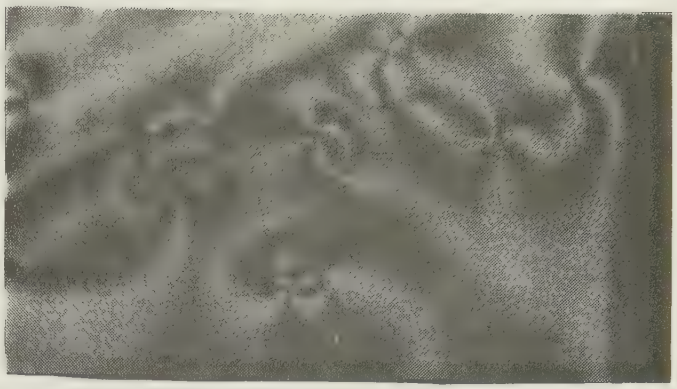
Pour une tension encore plus élevée, cette structure se met à se déformer par un mouvement compliqué comparable à celui que nous avons observé dans le cas du nématique ; la structure est en effet en train d'entrer dans une nouvelle phase de turbulence correspondant effectivement à l'état de diffusion. En effet, l'apparence de la cellule à l'oeil nu est devenue opaque.

Si l'on coupe le champ appliqué à partir de cette déformation la cellule retourne à l'état initial avec un certain retard qui dépend de la valeur du champ appliqué.

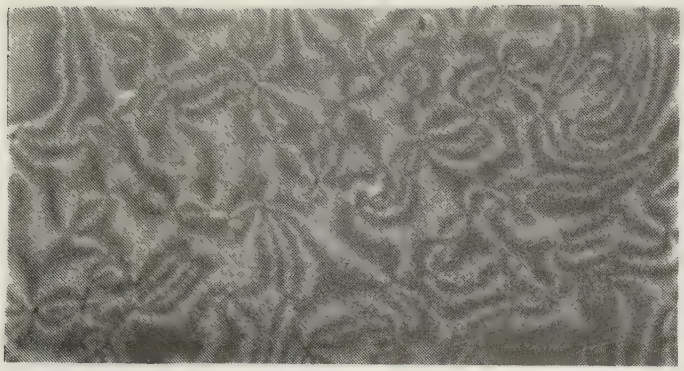
L'état de diffusion est dû à l'effet hydrodynamique qui induit l'instabilité observée à l'échelle microscopique.



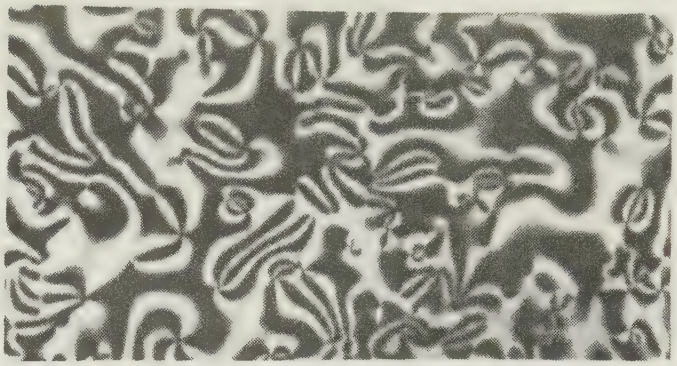
c



d



e



f

Fig. IV.4 :

Observation de la structure planaire, en présence du champ à haute fréquence : $f > f_c$, pour différents mélanges nématiques-cholestériques, et pour un mélange nématique :

a) mélange de nématique et Nonanoate de cholestérol dont le pas P = 10,5 µm. Grossissement G = 400X. Tension de commande : V = 30 volts, fréquence : 10 KHz.

b) même mélange, mais la photo présente une comparaison entre la structure planaire et la structure initiale. Le grossissement est le même.

c) mélange de nématique et carbonate de cholestérol et d'Oléol dont le pas P = 8 µm. Tension d'excitation V = 15 volts, fréquence f = 250 Hz, grossissement G = 400X.

d) même mélange, mais avec un pas différent : p = 16,5 µm dont la structure initiale est homéotrope. Tension d'excitation V = 5 volts, fréquence quelconque. Grossissement G = 63 X.

e) mélange de nématique et chlorure de cholestérol, dont le pas P = 9,8 µm.

f) mélange de nématiques : MBBA (60 %) + EBBA (40 %). Tension d'excitation V = 5,2 volts, fréquence f = 50 Hz, grossissement G = 63 X.

a

b

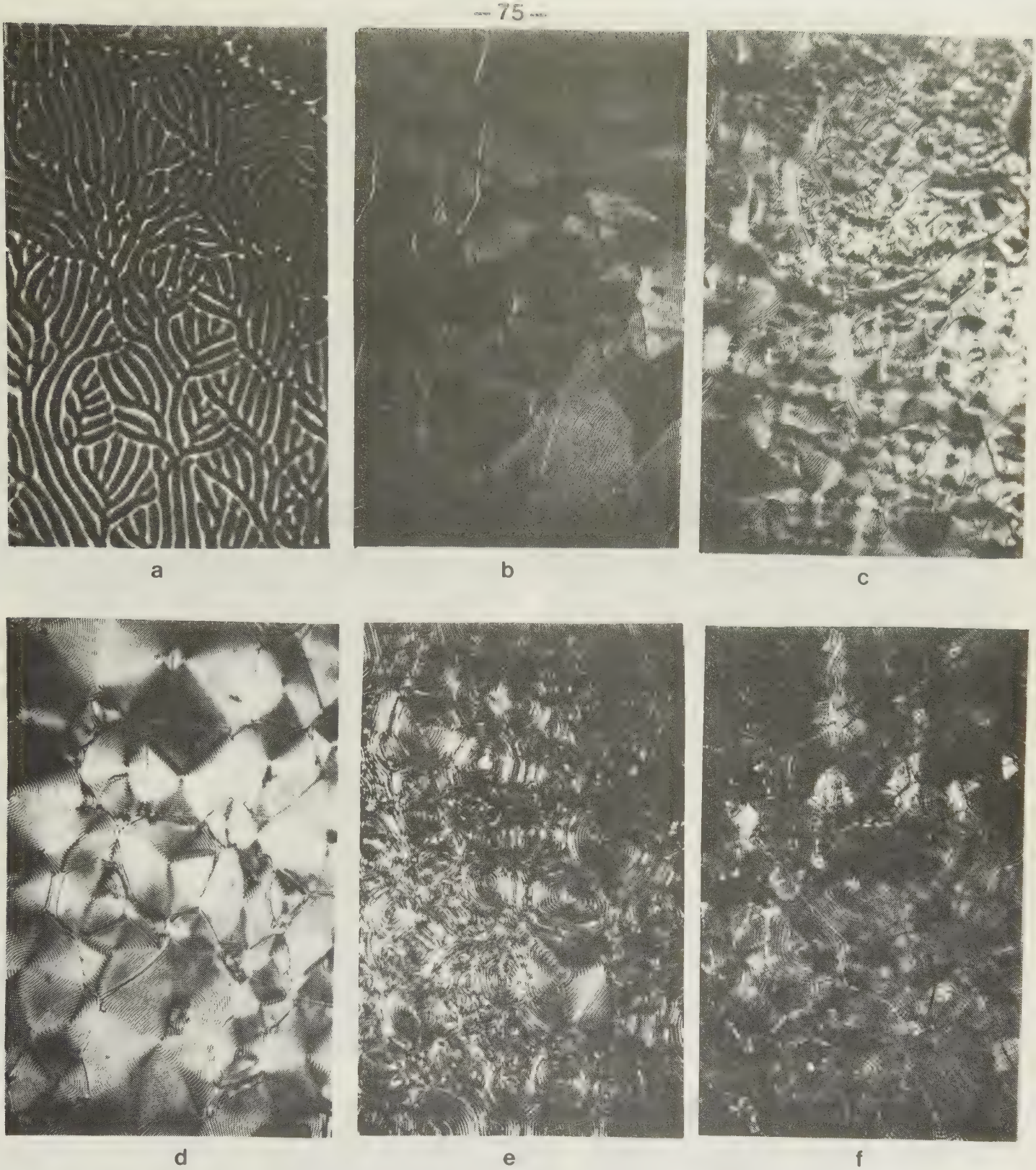
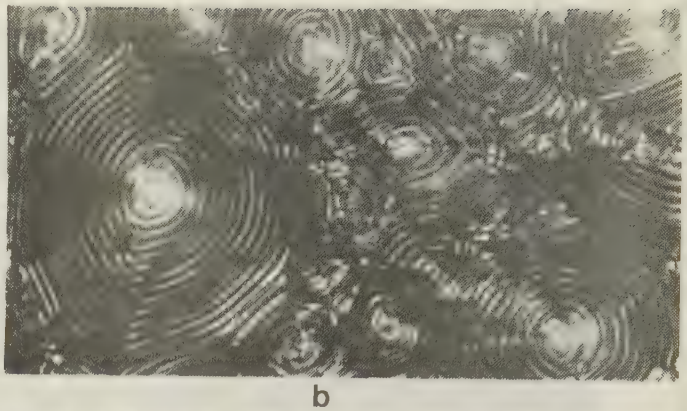


Fig. IV.5 :

Les déformations observées, lorsque le champ électrique est appliqué sur une structure cholestérique basculée dont le pas est fixe. Pour une épaisseur variée, le rapport épaisseur d sur pas p est donc : a, $d/p < 1$. b, $d/p \simeq 1$. c à e, d/p de 1 à 2. f, $d/p > 3$. Tension d'excitation V = 7 volts, fréquence f = 20 Hz, grossissement G = 80 X.

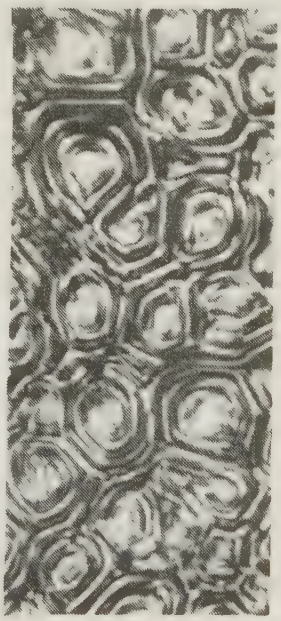
a



b

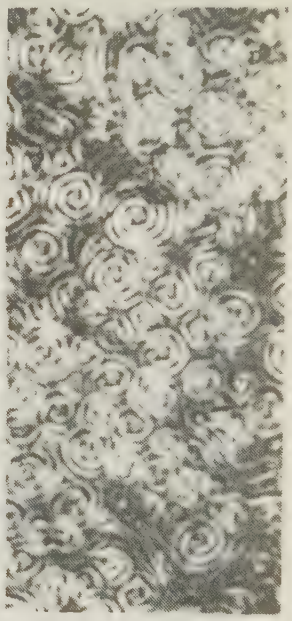
c

d



e

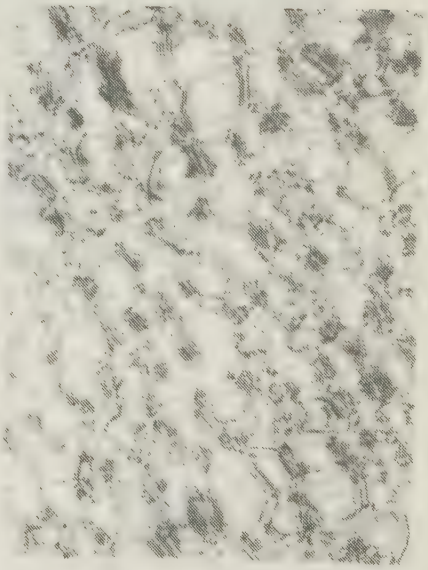
f



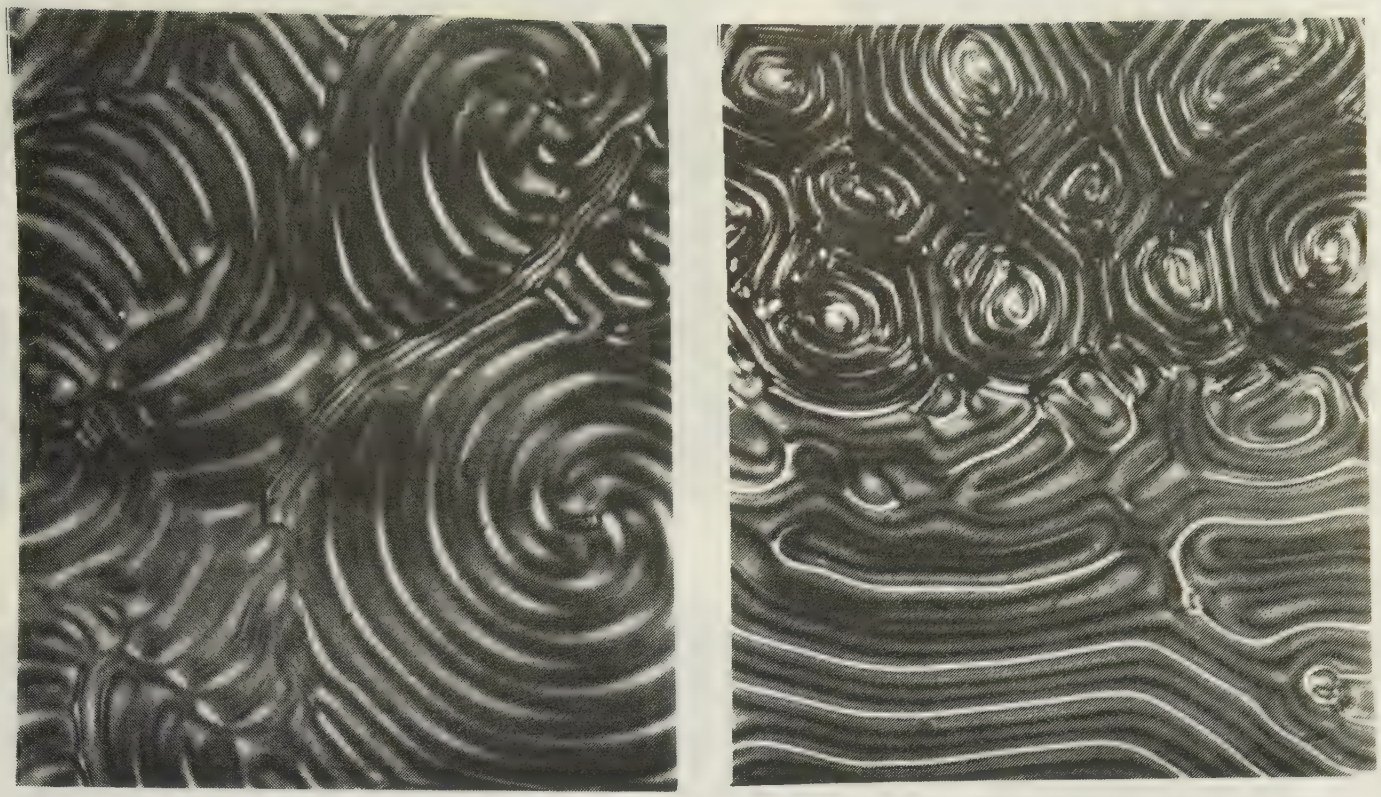
g

h

i



j



m n

Fig. IV.6 :

Les aspects de déformation (structure spiralée), obtenus au seuil optique à partir de la structure initiale (cf. Fig. IV.2), pour différents mélanges nématique-cholestérique. L'épaisseur de la cellule est fixe ; le pas est varié.

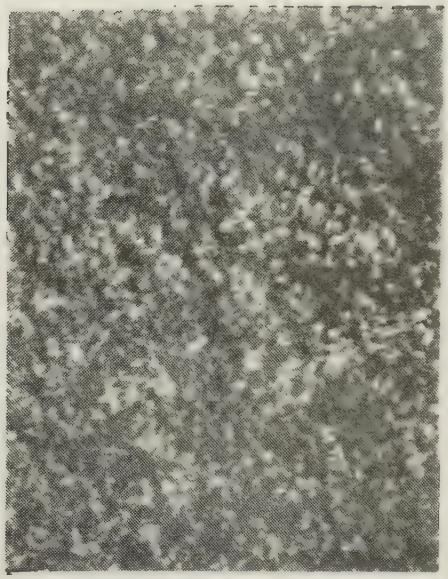
a à c, représentent des mélanges de MBBA + EBBA + chlorure de cholestérol dont les pas respectivement sont p = 25, 5,2 et 3 µm, pour des concentrations respectivement 1 %, 5 % et 10 %. Grossissement G = 400X.

d à g, représentent des mélanges de MBBA + EBBA + carbonate de cholestérol dont les pas respectivement sont p = 12,8 8, 5 et 2,7 µm, pour des concentrations respectivement 2 %, 5 %, 8 % et 10 %. Grossissement G = 400X.

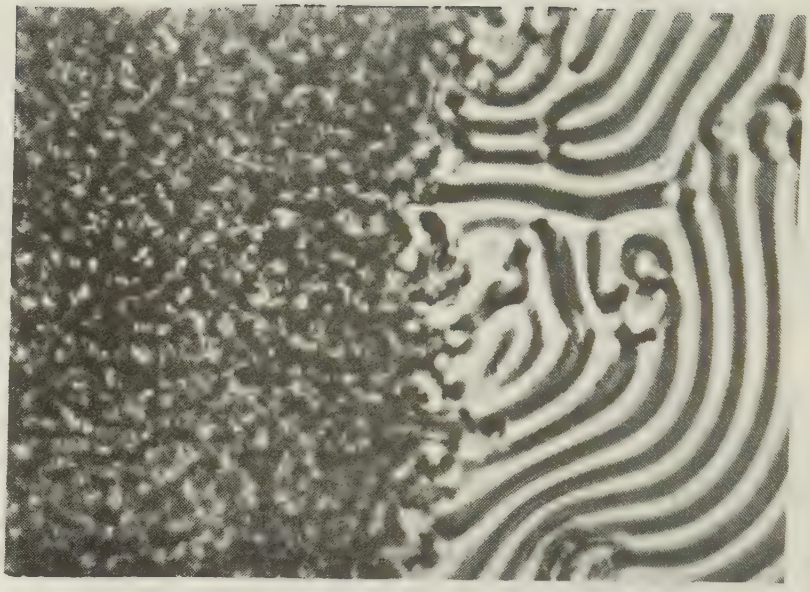
h à j, représentent des mélanges de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol dont les pas respectivement sont p = 19,5, 10,5, et 4,4 µm, pour des concentrations respectivement 1 %, 2 % et 5 % ; les grossissements respectivement sont G = 125, 400 et 125 X.

m, représente le mouvement hydrodynamique circulaire qui précède la formation de la structure spiralée. Grossissement G = 400X.

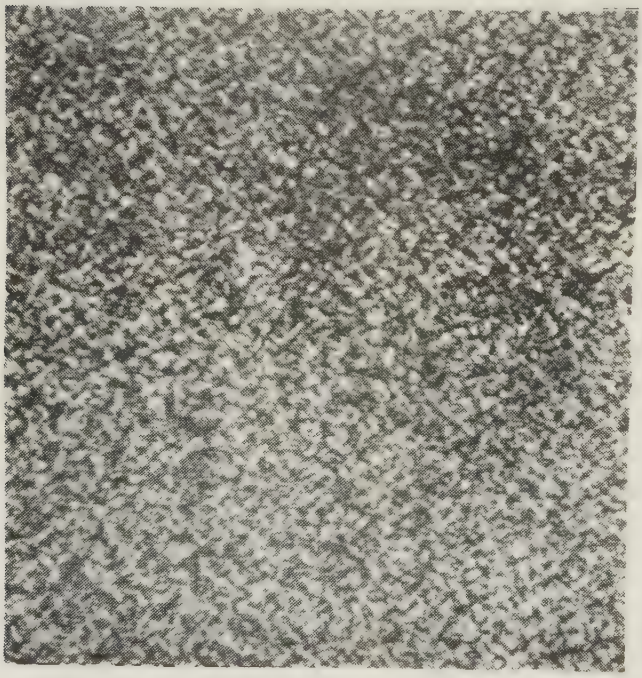
n, représente une comparaison entre la structure déformée au seuil optique et la structure initiale. Grossissement G = 400X.



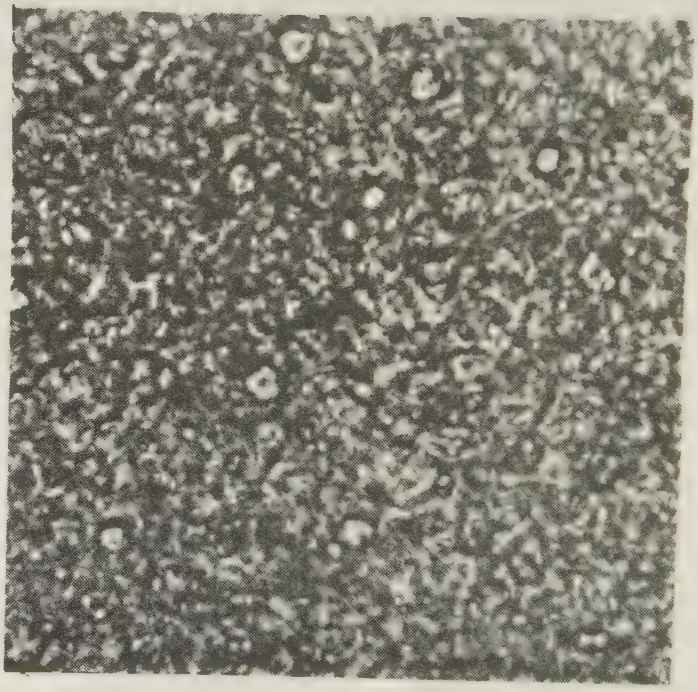
a



b



c



d

Fig. IV.7 :

Des photos microscopiques montrant l'état de diffusion dynamique dans les deux cas : cholestérique et nématique.

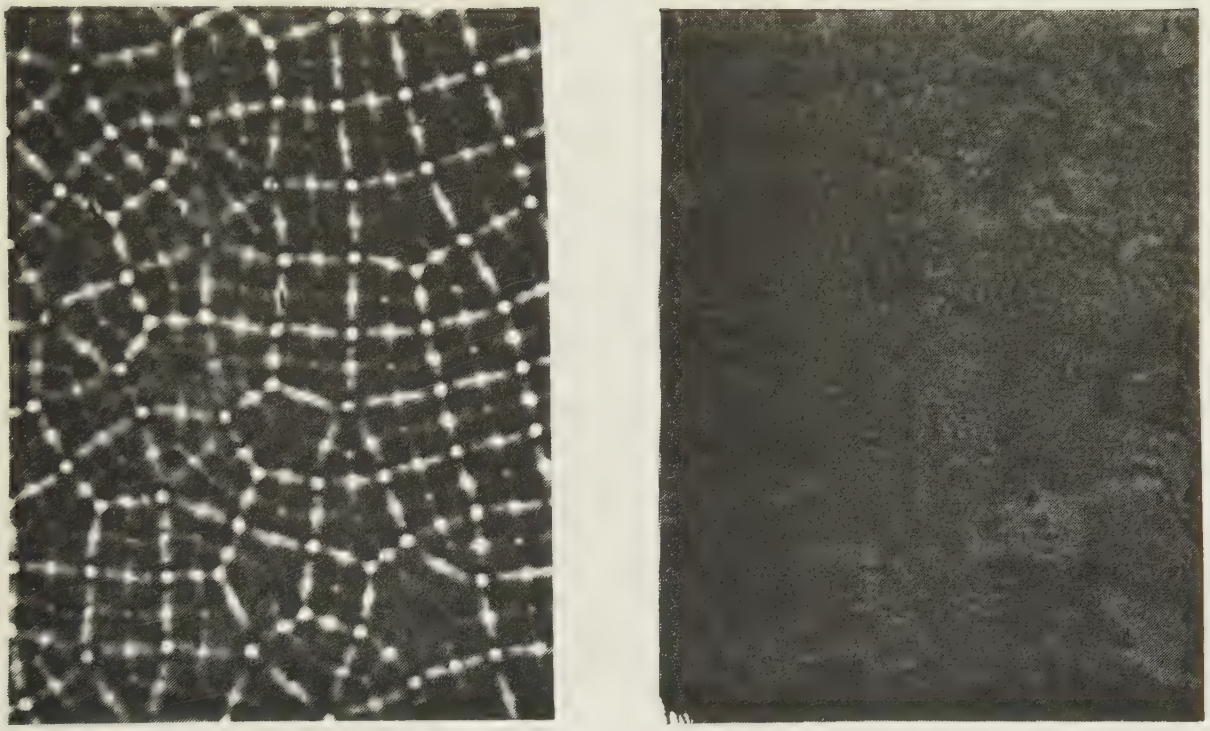
a - mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol dont le pas p = 4,4 µm, pour une concentration de 5 %.

b - même mélange, mais la photo montre une comparaison entre la structure de diffusion dynamique et la structure initiale.

c - mélange nématique de MBBA (60 %) + EBBA (40 %). Tension d'excitation V = 16 volts, fréquence f = 50 Hz. Grossissement G = 63X.

d - nématique MBBA. Tension d'excitation V = 30 volts, fréquence f = 50 Hz grossissement G = 400X.

Température ambiante.



a b

Fig. IV.8 :

La déformation d'un réseau carré, obtenue à partir d'un mélange nématique et cholestérique dont la configuration est planaire, et l'application d'une certaine tension (tension-seuil optique).

a) réseau carré, obtenu au seuil optique lorsque la fréquence d'excitation est inférieure à la fréquence critique : $f < f_c$. Grossissement G = 819X. Mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (5 %).

b) la déformation obtenue à haute fréquence : $f > f_c$. Tension d'excitation V = 40 volts, fréquence f = 100 Hz. Grossissement G = 256X. Mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (10 %).

IV.2.1.3. - Cas d'un mélange cholestérique-nématique dont la structure est basculée

Le comportement de cette configuration est plus compliqué que celui de la structure planaire, car on observe ici plusieurs aspects de déformations. L'état initial a déjà été donné (cf. fig. IV.2 et 3).

L'application du champ électrique basse fréquence sur les différentes structures dues à l'état initial nous permet d'observer les déformations suivantes :

- pour un rapport $d/p \ll 1$, l'apparence de l'état initial est homéotrope ; elle est analogue à celle des nématiques. En présence du champ et pour une certaine valeur, on observe l'apparition des stries de Williams (cf. fig. IV.5.a), qui correspond au seuil optique, au delà duquel nous observons le commencement de l'effet hydrodynamique dont la déformation est turbulente. La suppression du champ permet à l'état initial de réapparaître rapidement.

- pour un rapport d/p un peu inférieur à 1, où la structure initiale est constituée de filaments (cf. Fig. IV.3.b), la déformation, en présence du champ, commence par un mouvement circulaire. En augmentant très peu la tension, nous constatons un nouvel aspect de déformation (cf. fig. IV.6.a). Cette déformation est constituée de branches et de rameaux ; nous donnons à cette structure le nom : structure ramifiée. Cette déformation diffuse légèrement la lumière incidente ; à l'oeil nu, l'apparence est translucide.

La tension permettant d'obtenir une telle structure sera désignée le seuil optique. Lorsque la tension est coupée, la cellule retourne à l'état initial en un temps de quelques secondes.

En augmentant la tension au delà du seuil, on pénètre dans la zone de diffusion dynamique. Il en résulte que la structure ramifiée est détruite et la déformation obtenue est turbulente et est due au mouvement hydrodynamique. L'apparence externe est opaque. L'originalité dans ce type de déformation c'est que la suppression de la tension, à partir de l'état de diffusion précédent, nous permet d'obtenir un aspect de déformation statique tout à fait nouveau ; il s'agit d'une structure d'un réseau uniforme d'hexagones qui est périodique et bi-dimensionnel (cf. Fig. IV.9.a) ; pour un rapport d/p différent nous avons obtenu une structure statique mais irrégulière (cf. Fig. IV.9.b). Par la mise au point à travers la profondeur de la structure hexagonale, on observe la forme des sphérolites.

Le réseau hexagonal est constitué de dislocations couplées entre elles de sorte que le point d'émergence des dislocations χ (+ 1) étant au centre des hexagones et les points d'émergence des dislocations $\chi(-\frac{1}{2})$ seraient donc aux sommets (*). On passe d'un plan $\phi = o$ à un plan $\phi = \frac{\pi}{2}$ par rotation des molécules de $\frac{\pi}{2}$.

Ce qui est important à signaler c'est que cette déformation est tout à fait stable ; nous avons pu observer sa persistance

* J. Rault (thèse) Orsay.

durant plusieurs heures même plus sans que sa forme soit changée.

La "structure hexagonale" diffuse légèrement la lumière transmise ; la diffusion est beaucoup plus faible que la diffusion dynamique. La déformation hexagonale peut être effacée en appliquant un champ électrique à haute fréquence ; la structure retourne rapidement à l'état initial : configuration homéotrope ou structure de filaments.

- pour un rapport moyen : $1 \lesssim d/p \lesssim 3$, la structure initiale a été présentée sur la figure (IV.1.d) montrant une déformation périodique unidimensionnelle constituée d'une série de lignes parallèles entre elles due à l'effet des parois. Lorsque l'on applique le champ électrique basse fréquence normalement à ces lignes et qu'on le fait croître lentement, l'aspect initial ne se modifie pas tant qu'une certaine tension n'est pas atteinte, pour laquelle la structure commence à se déformer par des mouvements hydrodynamiques circulaires (cf. Fig. IV.6.m) dont les centres sont distribués de façon aléatoire. Ces mouvements se stabilisent peu à peu pour construire finalement un réseau composé de spirales (cf. Fig. IV.5. et 6) ; la structure obtenue est constituée des lignes brillantes équidistantes enroulées en spirales autour des centres des polygones. Le réseau des spirales résulte de l'association par paire de dislocations de rotation de signes opposés (cf. Fig. IV.6.h). Une étude détaillée, qui décrit les structures spiralées, est présentée par Bouligand (52).

Nous désignons par définition la tension qui induit une telle structure sous le nom de seuil-optique. L'apparence externe de la cellule est translucide brillante et produit un niveau de diffusion (mesuré à l'aide du P.M.) de l'ordre de 60 % de la densité de la lumière transmise par rapport au niveau correspondant à l'état initial.

Si l'on coupe le champ appliqué à partir de ce réseau de spirales, la structure relaxe ou moins rapidement selon la valeur du rapport d/p ; le temps de retour est en général de l'ordre de quelques secondes.

En faisant croître la tension lentement au delà du seuil, la structure des spirales se détruit par l'apparition de nouveaux centres spiralés plus petits au sein des spirales précédentes, jusqu'à ce qu'elle devienne entièrement turbulente, et est accompagnée d'un mouvement hydrodynamique ; la cellule devient diffusante et son apparence externe est opaque et représente l'effet de diffusion dynamique (cf. fig. IV.7).

Si l'on coupe la tension à partir de cet état de diffusion, la cellule dans ce cas ne retourne pas à l'état initial, comme précédemment, mais elle gardeune détormation statique, la cellule continue donc à diffuser la lumière incidente sans champ appliqué. Cet état stable dure très longtemps, des heures voire des jours. Nous désignons ce phénomène par un effet de "diffusion à mémoire" ou plus précisément par une "diffusion-statique mémorisée" (D.S). Il est donc évident que nous pouvons, par cet effet, emmagasiner les informations, sous une forme optique, pendant un temps long, ce qui nous permet de confirmer que cet effet pourra nous servir pour réaliser notre objectif. Par conséquent, cet effet sera le sujet à étudier au chapitre suivant.

Il est important de signaler également que cet effet peut être contrôlé par un champ électrique à haute fréquence qui permet d'annuler (effacer) les déformations résiduelles dans la cellule et de la faire retourner à l'état initial.

Les avantages accrus que nous avons observés sont :

- l'obtention de la diffusion-statique avec des tensions relativement faibles : de l'ordre de 20 à 60 volts (chapitre suivant).

- le temps de réponse est relativement rapide par rapport à la phase nématique ou à la phase cholestérique planaire (cf. chapitre VI).

- la diffusion statique dure très longtemps : quelques heures.

- la diffusion statique est reproductible, effaçable et contrôlable électriquement.

- la consommation d'énergie, soit par la cellule, soit par le système de commande après l'excitation est nulle, du fait que les informations optiques se maintiennent en champ nul.

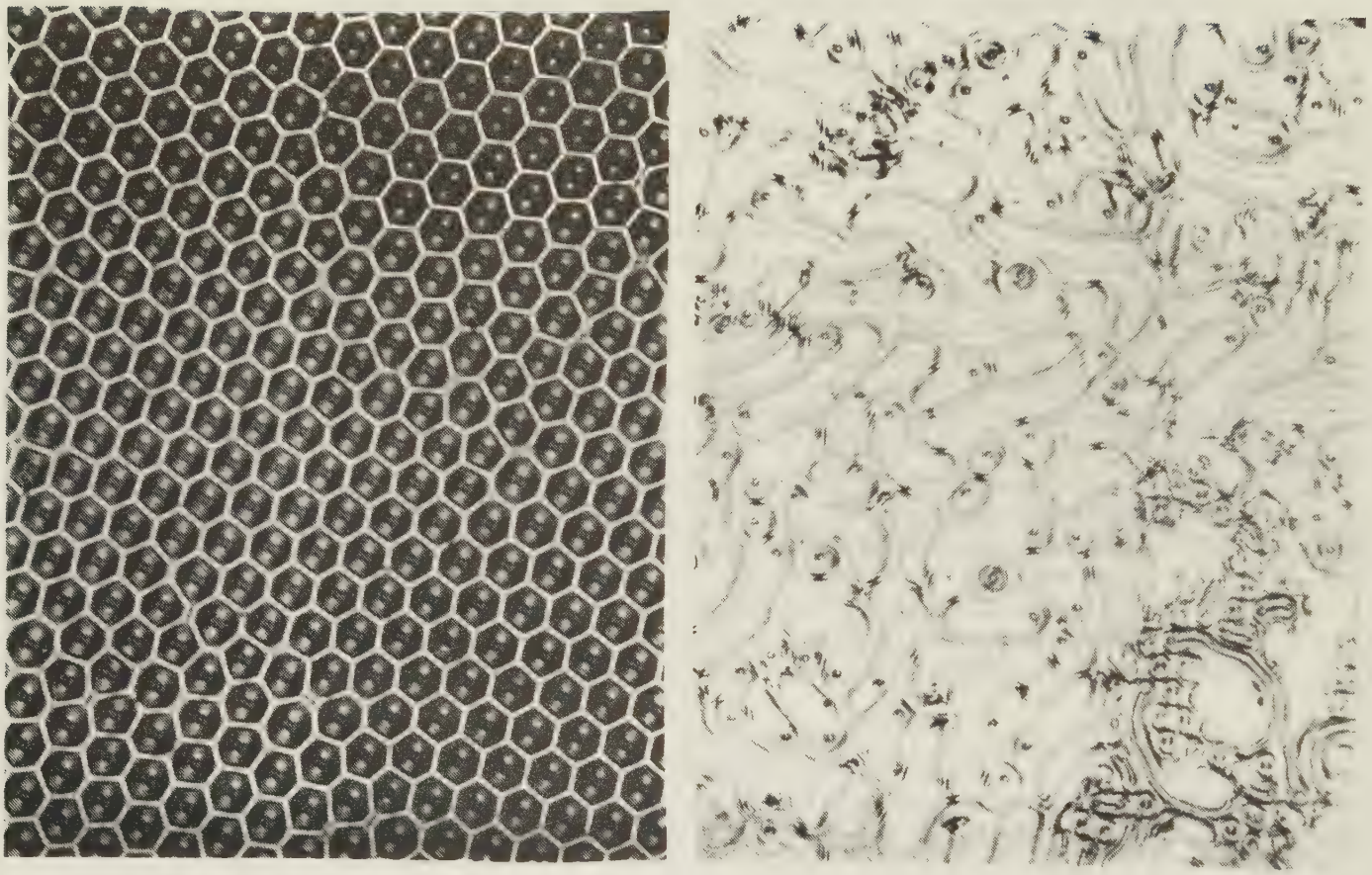
Le seul inconvénient observé jusqu'à maintenant, c'est que la structure initiale diffuse légèrement la lumière transmise à travers la cellule, ce qui conduit à diminuer le contraste.

- Pour un rapport d/p élevé : où $d/p \gg 1$. Le comportement de ces mélanges en présence du champ électrique peut être analogue au cas précédent mais ici l'inconvénient majeur est la diffusion très élevée de la lumière.

IV.2.2. - Comportement à haute fréquence $f > f_c$

Dans le présent paragraphe nous allons décrire les phénomènes observés et les résultats obtenus concernant les trois configurations que nous avons présentées à basse fréquence : la structure nématique homéotrope, la structure cholestérique planaire et la structure cholestérique basculée. L'anisotropie diélectrique des trois structures est négative, et les mesures sont prises à la température ambiante.

Les déformations induites ici sont dues uniquement au couplage entre le champ électrique haute fréquence et le moment dipôlaire permanent des molécules ; le déplacement de charges : résiduelles ou injectées, est donc exclu. Le mouvement hydrodynamique, s'il existe, reste très localisé. L'action du champ sur l'anisotropie diélectrique induit une variation d'orientation collective des molécules. Ce phénomène est à l'origine des effets électrooptiques dans le régime diélectrique.



a b

Fig. IV.9 :

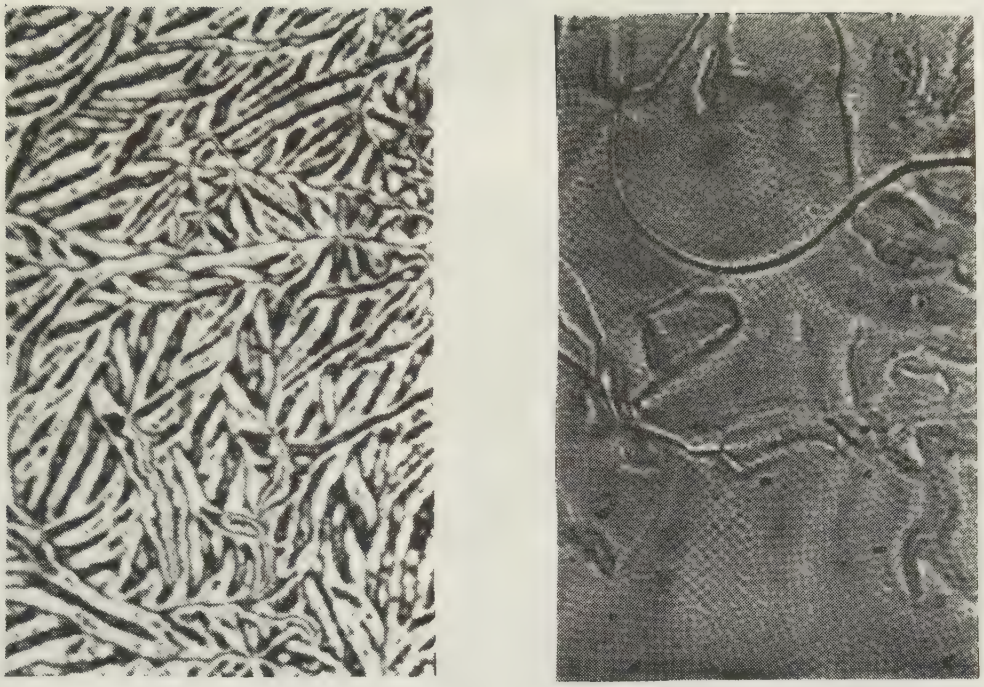
La déformation d'un réseau hexagonal, obtenue, à partir d'un mélange nématique-cholestérique dont l'alignement est homéotrope le long des parois ; le rapport entre l'épaisseur d et le pas p est : $d/p \leq 1$, et une tension à basse fréquence $f < f_c$, supérieure à la tension de seuil de l'effet de diffusion dynamique.

La déformation de ce réseau, obtenue après la suppression de la tension appliquée, est stable.

a) mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (1 %) ; le pas est : p = 19,5 µm.

b) même mélange mais le pas est de p = 10,5 µm.

L'épaisseur de la cellule est d = 6 µm.



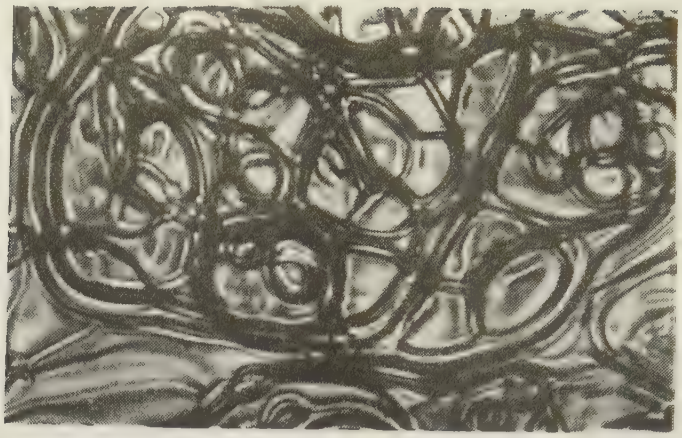
a b

Fig. IV.10 :

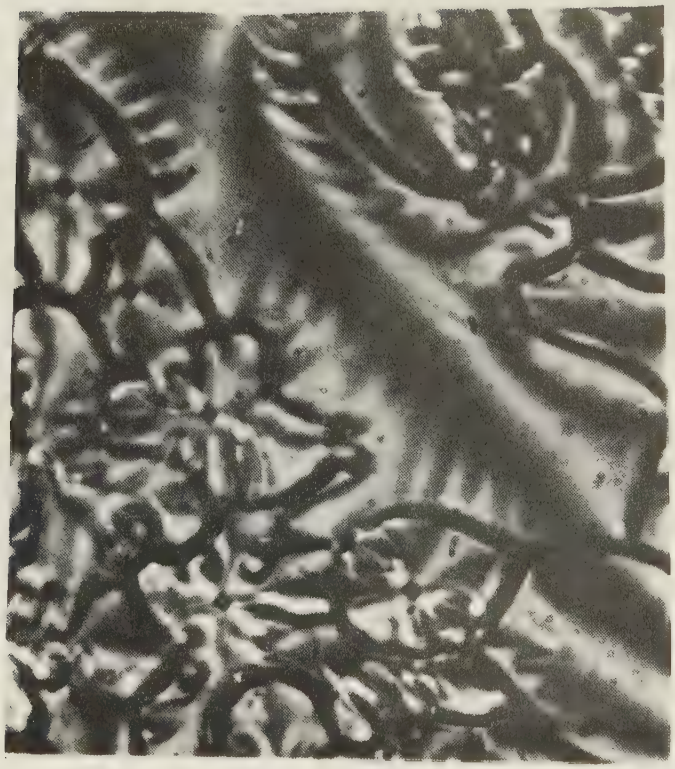
Les déformations, obtenues au seuil optique, lorsque la fréquence du signal d'excitation est supérieure à la fréquence critique f_c, pour un cristal liquide nématique et un mélange cholestérique-nématique (structure basculée).

a) déformation de chevrons pour un mélange de nématiques MBBA (60 %) + EBBA (40 %). Tension d'excitation V = 26 volts fréquence f = 125 Hz. Grossissement G = 63X.

b) déformation d'un réseau carré, pour un mélange de MBBA + EBBA + carbonate de cholestérol et d'oléol (8 %), dont le pas p = 5 µm. Tension d'excitation V = 47 volts, fréquence f = 125 Hz. Grossissement G = 400X. L'épaisseur de la cellule d = 6 µm. Température ambiante.



a



b

c

Fig. IV.11 :

Les déformations observées, lorsque la fréquence du signal appliqué, est égale à la fréquence critique f_c, pour un mélange cholestérique-nématique dont l'alignement est homéotrope le long des parois (structure basculée). L'épaisseur de la cellule d = 6 µm. Grossissement G = 400X. Température de mesure θ = 21° C.

a) mélange de MBBA + EBBA + carbonate de cholestérol et d'oléol (5 %), dont le pas est p = 8 µm. f_c = 190 Hz. Tension d'excitation V = 22 volts.

b) même mélange, mais le pas est p = 2,7 µm et la concentration en cholestérique c = 10 %. f_c = 220 Hz. Tension d'excitation V = 40 volts.

c) mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (2 %), dont le pas est p = 10,5 µm. f_c = 500 Hz. Tension d'excitation V = 22 volts.

IV.2.2.1. - Cas du nématique homéotrope

Lorsque l'on applique le champ électrique parallèlement à l'axe optique du nématique, en le faisant croître lentement, nous observons successivement différents aspects de déformations. Pour un certain champ nous observons la première déformation donnant une coloration de la cellule qui passe successivement par les différentes couleurs du spectre induites par l'effet de biréfringence ; cette déformation est analogue à celle que nous avons observée dans le cas d'un champ électrique à basse fréquence (cf. parag. IV.2.1.1) qui montre également, pour un champ beaucoup plus élevé, l'apparition de la structure planaire.

La structure planaire demeure en fonction du champ appliqué jusqu'à une certaine valeur pour laquelle une nouvelle déformation peut apparaître ; la déformation est constituée d'une structure en plumes appelée "chevrons" comme le montre la figure (IV.10.a) ; c'est une déformation stable. La tension induisant cet aspect peut être considérée comme une tension-seuil optique.

En augmentant le champ au-delà du seuil, nous observons la destruction de la structure en chevrons conduisant à une déformation turbulente, donnant, à l'oeil nu, une apparence opaque. Cette déformation est induite par le déplacement de charges d'espaces.

IV.2.2.2. - Mélange nématique-cholestérique dont l'axe hélicoïdal est perpendiculaire aux parois : structure planaire

La cellule est transparente à l'oeil nu, et claire à l'échelle microscopique quel que soit l'angle entre les polariseurs.

La déformation observée ici en présence du champ est semblable à celle que nous avons obtenue à basse fréquence ; avec une distorsion cependant différente. C'est-à-dire que nous avons observé un réseau carré au seuil optique dont la période est très faible (cf. Fig. IV.8.b), la figure ne montre pas clairement cette déformation du fait que le grossissement et le frottement ne sont pas suffisants.

Si l'on coupe la tension à partir de cette déformation l'état initial réapparait presque immédiatement.

En augmentant la tension appliquée au delà du seuil la cellule se met à diffuser de façon analogue aux autres cas. Mais là nous avons eu du mal à observer le basculement de l'axe hélicoïdal ; de normal, l'axe tend à devenir parallèle aux parois de la même manière qu'à la basse fréquence.

La coupure de la tension sur ce mode de diffusion, fait réapparaître l'état initial au bout d'un certain temps qui dépend du pas du mélange examiné ou plutôt du rapport d/p. En tout cas ce temps est évalué de l'ordre dequelques secondes au plus.

Nous signalons finalement que ce mode de déformation demande une tension plus élevée que celle qui a été utilisée à basse fréquence.

IV .2.2.3. - Mélange cholestérique-nématique homéotrope le long des parois

Nous avons expliqué auparavant quel était l'aspect de cette structure dans l'état initial (sans champ). Si bien que les déformations pouvant être induites en présence du champ sont liées aux cas initiaux des structures.

Le champ électrique est appliqué perpendiculairement aux parois. Nous observons ici deux transitions fondamentales et différents aspects de déformations qui peuvent être induits :

1 - En partant de la structure initiale définie par des lignes longues brillantes et périodiques, et en appliquant la tension à haute fréquence $f > f_c$, nous observons à un moment donné que les lignes brillantes commencent à disparaître au fur et à mesure, jusqu'à une valeur donnée de la tension appliquée, où toutes les lignes auront disparu. La structure devient claire instable et tend à se stabiliser au bout d'un petit temps conduisant à constituer finalement une structure analogue à celle de la structure planaire (cf. Fig. IV.4). Nous allons définir, plus loin, cette transition par l'apparition d'une structure hélicoïdale d'axe normal aux parois, du fait que l'anisotropie diélectrique est négative : $\varepsilon_a < 0$. Si l'on coupe la tension appliquée, l'état initial réapparait rapidement.

2 - La structure planaire obtenue précédemment demeure en fonction de la tension jusqu'à une certaine valeur. Cette tension amène la structure planaire à une autre déformation dont l'aspect dépend d'ailleurs de la fréquence. A partir de la fréquence f_c, nous commençons à observer une déformation constituée de lignes longues et brillantes qui ne sont pas rectilignes. Ces lignes sont distribuées de façon tout à fait aléatoire et séparent la structure planaire en zones claires. Ce qui distingue ces lignes c'est le mouvement permanent. Cette forme de déformation est présentée dans la figure (IV.11.a). A la coupure de la tension sur cet état, la structure retourne à l'état initial, celui de la structure en lignes parallèles, au lieu de retourner à la structure planaire.

La tension qui permet d'observer une telle déformation, nous la désignons tension-seuil optique, car elle conduit la cellule à une nouvelle structure. En effet, si l'on continue à faire croître cette tension, au delà du seuil, le snombre de lignes se multiplie, de façon que la structure devienne finalement trouble et comparable au cas de la diffusion dynamique. Il est facile de faire retourner cette diffusion à l'état initial, il suffit de couper la tension appliquée ; le temps de retour est de l'ordre de quelques secondes (longue rémanence).

Cet aspect de déformation est observé seulement entre deux fréquences : les fréquences critiques f_c et f_o, celle-ci un peu plus élevée sera définie plus loin.

Pour une fréquence plus élevée que f_o l'aspect de la déformation change. En fait la déformation obtenue ici n'est pas nouvelle, car il s'agit d'un réseau ponctuel carré et

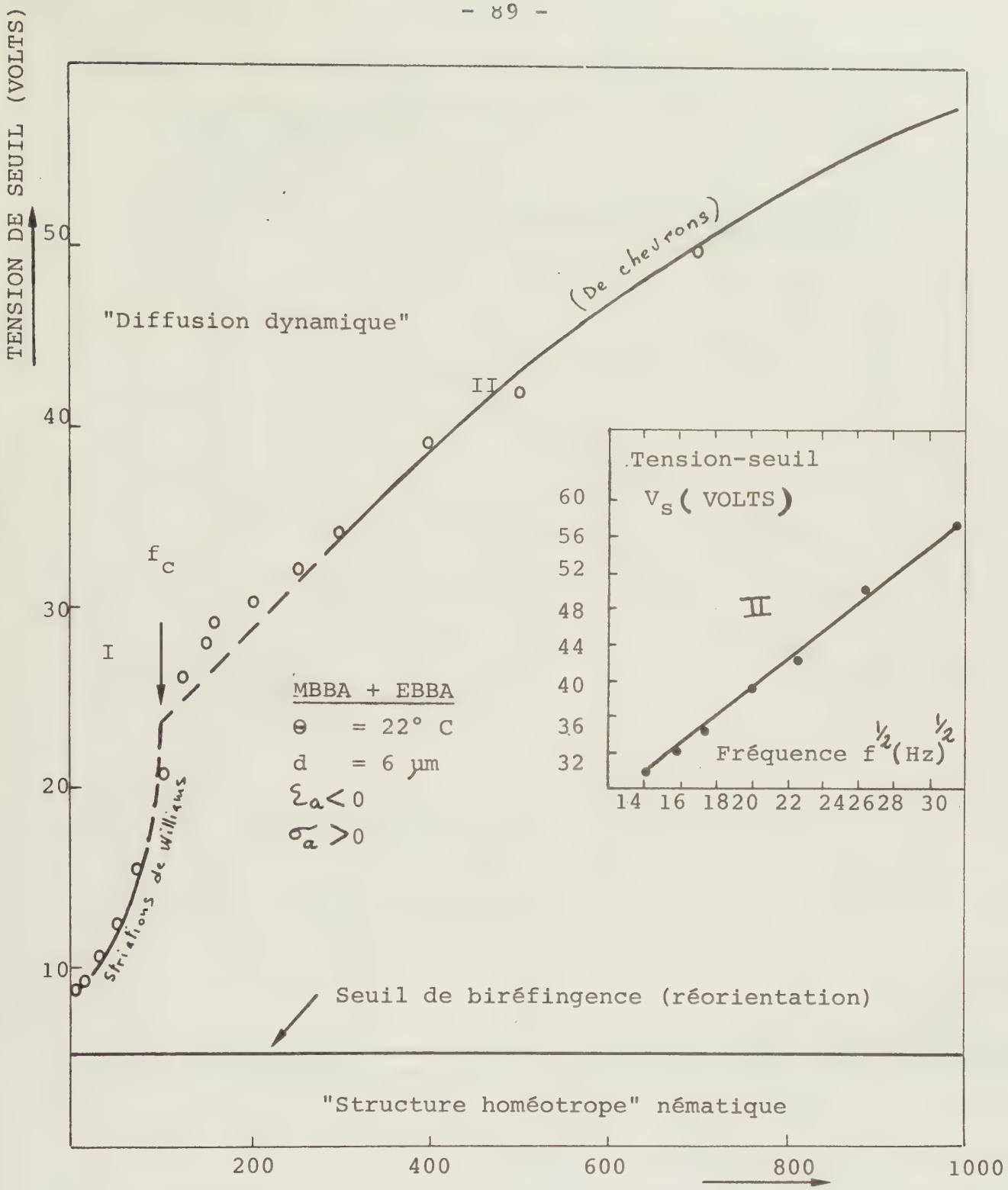


Fig. IV.12. :

Variation de la tension-seuil (optique) en fonction de la fréquence. La courbe expérimentale présente deux régimes I est le régime conducteur $f < f_c$, II est le régime diélectrique $f > f_c$.

La linéarité du seuil en fonction de la racine carrée de la fréquence pour le régime diélectrique est aussi illustrée.

Un mélange de deux nématiques a été utilisé : MBBA 60 %
EBBA 40 %

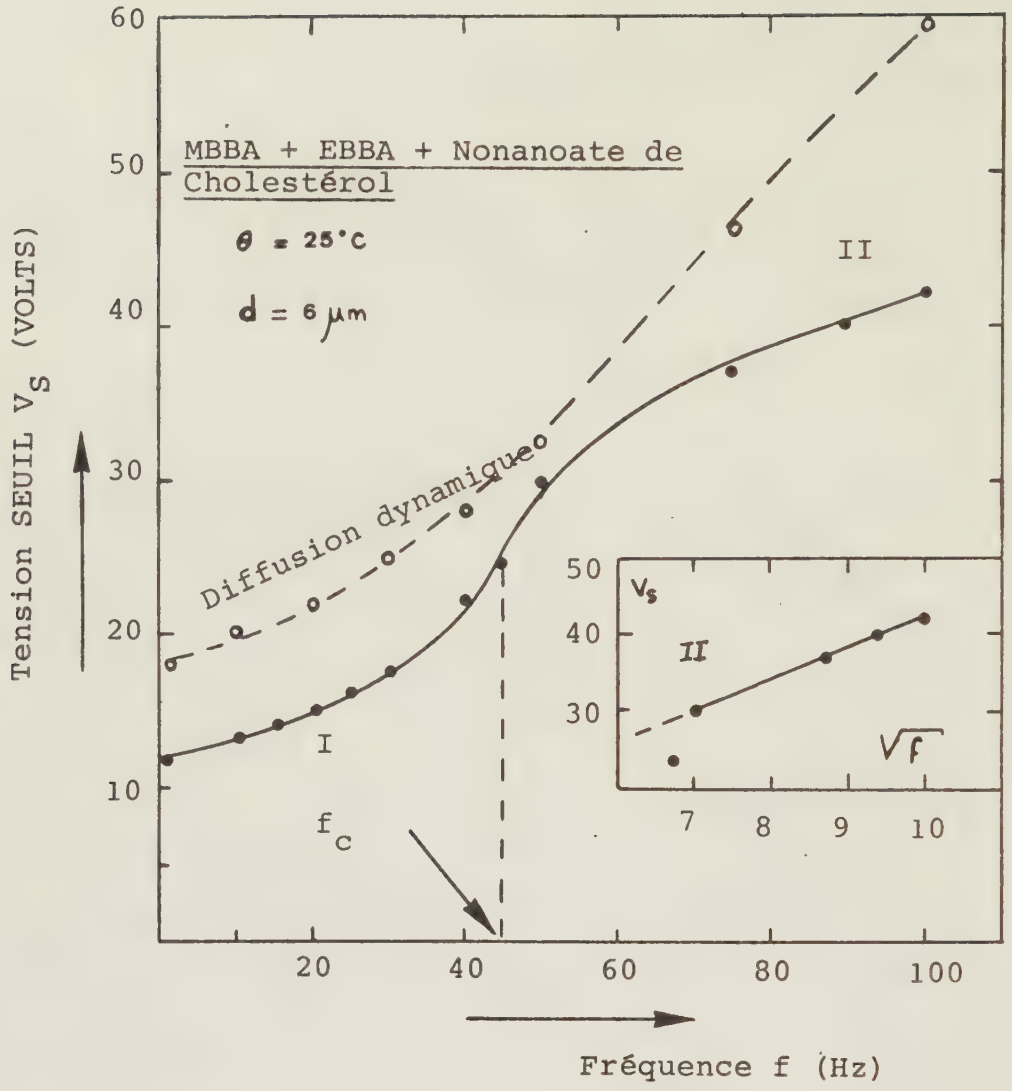


Fig. IV.13. :

Dépendance de tension-seuil en fonction de la fréquence d'excitation, pour une structure cholestérique planaire :

●– – – – – – – – – L'apparition de réseau carré.

o– – – – – – – – – Le commencement de diffusion.

Les points expérimentaux sont pris pour 10 % en cholestérique C.N.

I – – – – – – Régime "coducteur" (instabilité à basse fréquence $f < f_c$)

II – – – – – – Régime "diélectrique" (instabilité à haute fréquence $f > f_c$)

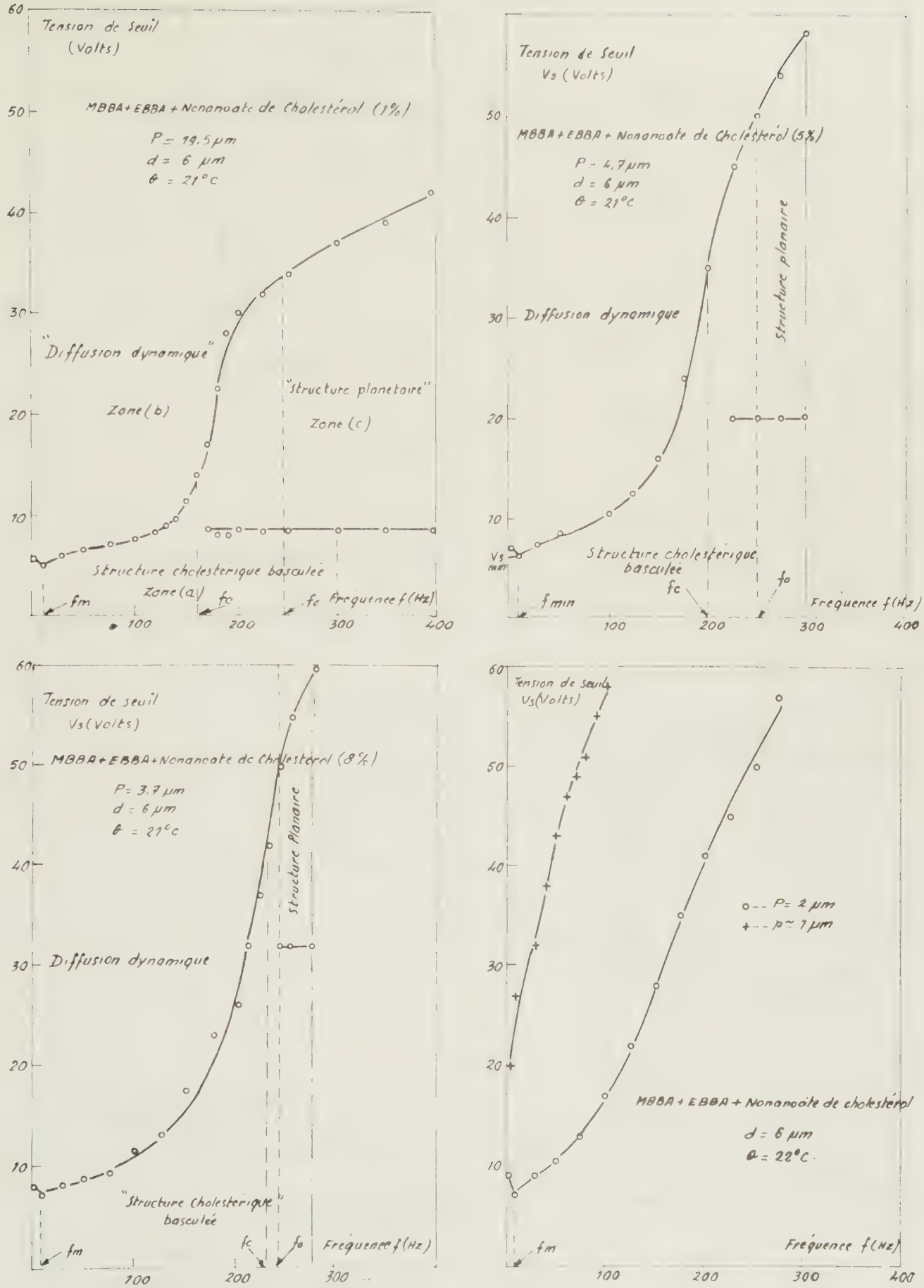


Fig. IV.14.A : Variation de la tension de seuil optique en fonction de la fréquence d'excitation, pour différents pas P. La fréquence critique f_c sépare les trois zones : diffusion dynamique, structure planaire, et structure cholestérique basculée. f_c est la fréquence de relaxation des charges (critique), f_o est la fréquence de changement de la déformation microscopique. f_m est la fréquence qui résulte le seuil le plus faible.

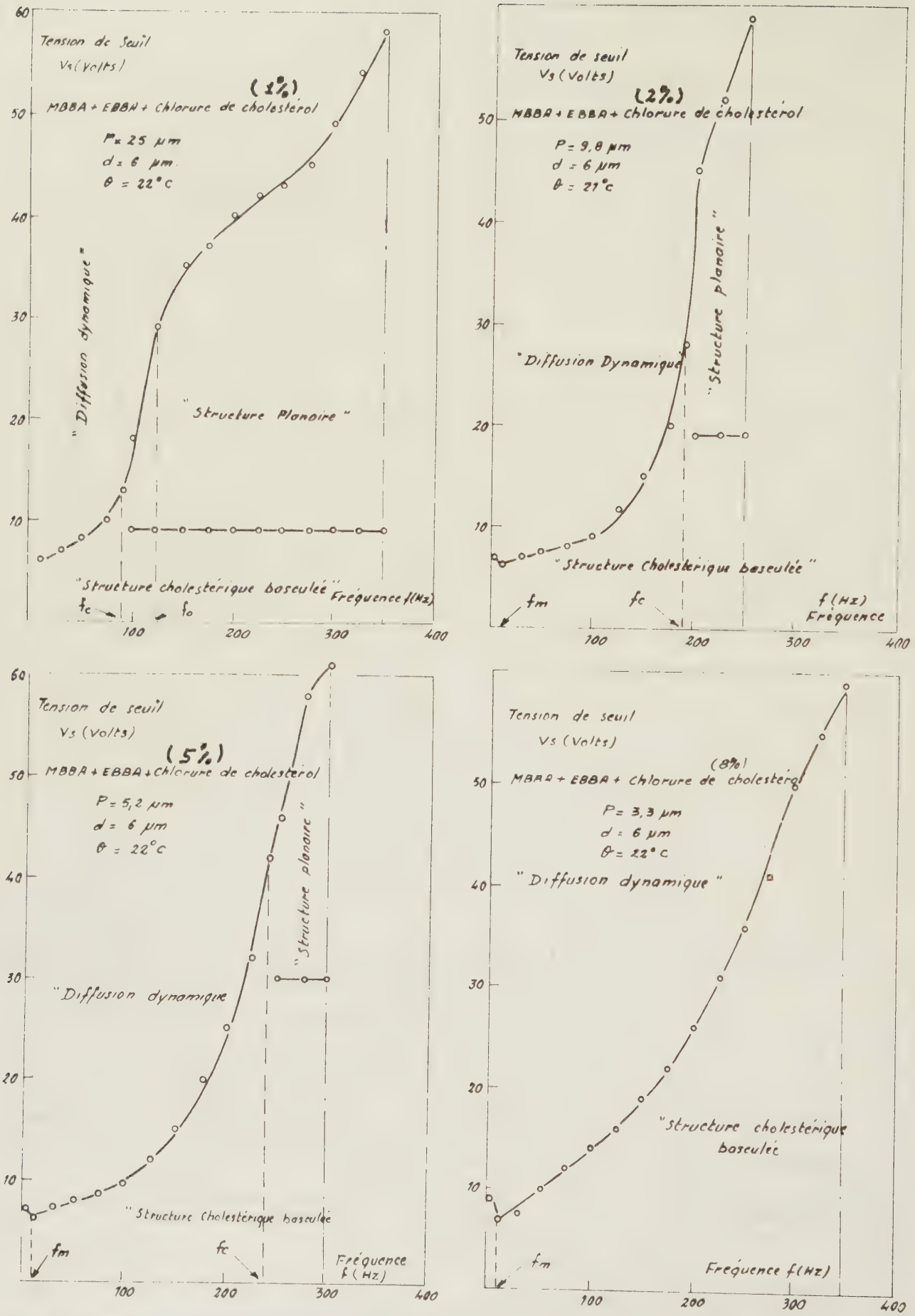


Fig. IV.14.B : Variation de la tension de seuil optique en fonction de la fréquence d'excitation, pour différents pas P, la fréquence critique f_c sépare les trois zones observées : Diffusion dynamique, structure planaire, structure cholestérique basculée. f_c est la fréquence de relaxation des charges. f_o est la fréquence de changement de la déformation microscopique. f_m est la fréquence qui résulte le seuil le plus faible.

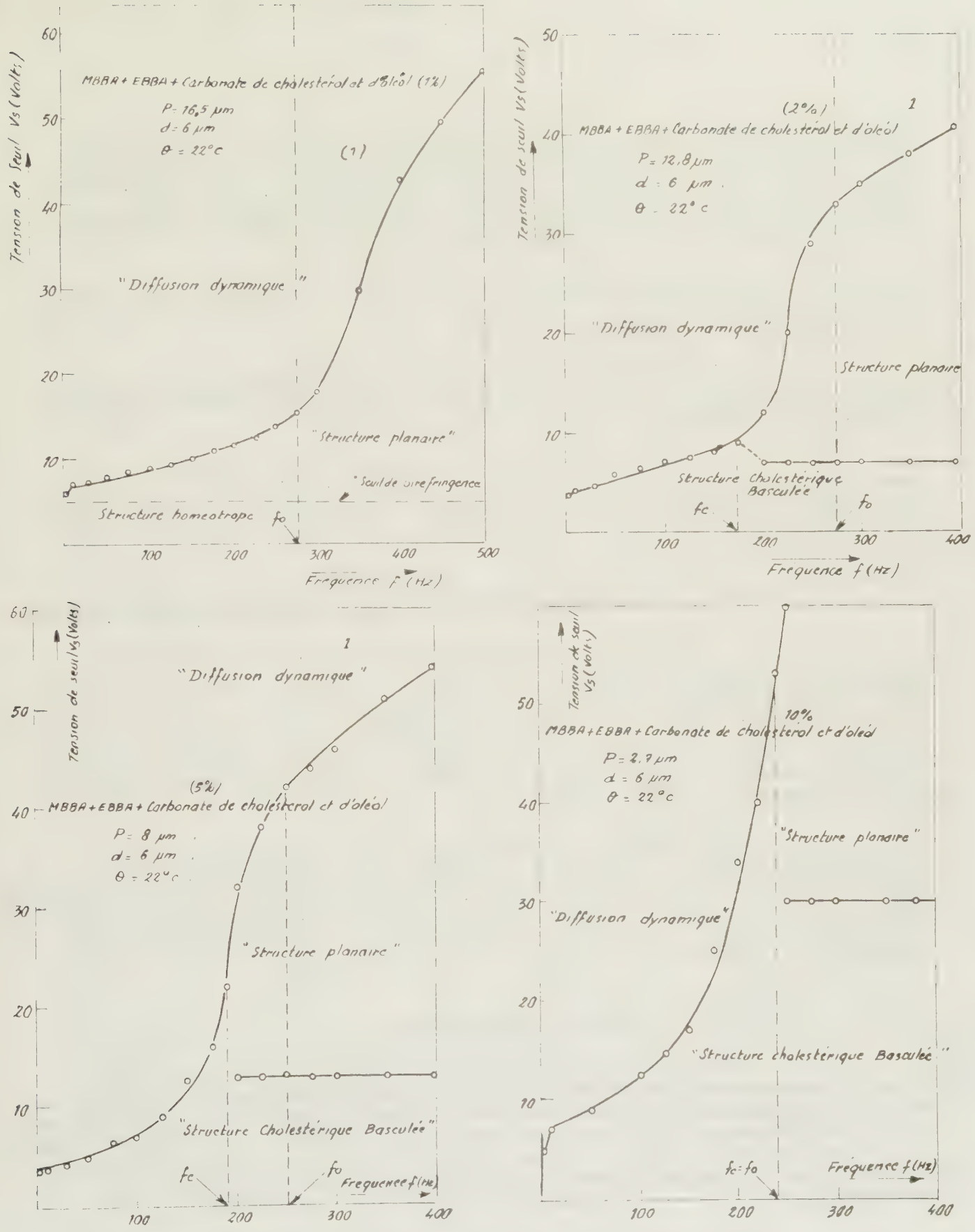


Fig. IV.14.C : Variation de la tension de seuil optique en fonction de la fréquence d'excitation, pour différents pas P. La fréquence critique f_c sépare les trois zones : diffusion dynamique, structure planaire, structure cholestérique basculée, sauf dans la première courbe où la structure basculée devient parfaitement homéotrope, car le rapport d/p est très inférieur à 1.
f_c est la fréquence de relaxation des charges.
f_o est la fréquence de changement de la déformation.

bi-dimensionnel, ceci est présenté dans la figure (IV.10.b) et celui-ci est très probablement semblable au cas de la déformation de la structure planaire à haute fréquence **mais** nous avons des difficultés à distinguer la déformation exacte à cause de l'insuffisance du grossissement. La tension permettant d'obtenir cette déformation est désignée par tension-seuil.

La croissance de la tension, au delà du seuil amène la cellule directement à l'état de diffusion dynamique reconnu par la turbulence et l'apparence opaque.

Si l'on coupe la tension sur ce point, la cellule retourne également à l'état initial au bout d'un temps de l'ordre de quelques secondes.

Il est important de signaler, pour terminer, que nous avons pu observer l'aspect de la phase de diffusion dynamique bien que la fréquence d'excitation soit supérieure à la fréquence critique f_c.

IV.2.3. - Dépendance du seuil en fonction de la fréquence

Nous avons remarqué au cours de nos observations précédentes que tout aspect de déformation et toute tension-seuil sont effectivement liés à la valeur de la fréquence d'excitation. Nous avons également divisé le comportement des structures étudiées en deux parties principales définies par la valeur d'une fréquence critique f_c qui n'était pas tout à fait claire. En effet, la dépendance du seuil de la fréquence va montrer exactement la définition et la position de cette fréquence.

Nos mesures expérimentales sur les trois types de configurations : nématique (homéotrope), cholestérique (planaire), cholestérique basculé, sont présentées successivement dans les figures (IV.12, 13, et 14). Ces mesures sont prises à la température ambiante et à une épaisseur fixe. Dans la figure IV.14 nous avons présenté également différents cholestériques et différentes valeurs du pas.

IV.2.3.1. - Cas des nématiques

Nous présentons sur la figure IV.12 la variation de la tension-seuil optique en fonction de la fréquence d'excitation. La courbe expérimentale montre l'existence de deux régimes différents selon la fréquence du champ appliqué ; la fréquence critique f_c définit la limite entre les deux régimes : pour $f < f_c$, le régime correspondant est le régime de conduction, et pour $f > f_c$, le régime est diélectrique.

A la fréquence critique l'aspect de déformation, à l'échelle microscopique, se change de façon radicale ainsi nous observons la transition des domaines de Williams à la structure en chevrons.

Or la valeur du seuil croît au départ lentement en fonction de la fréquence jusqu'à la fréquence critique f_c (la fréquence de relaxation des charges d'espaces ; $f_c = 1/4\pi\rho\varepsilon_a$). Ensuite la tension de seuil remonte de nouveau lentement avec f, après une variation rapide autour de f_c.

IV.2.3.2. - Cas d'une structure cholestérique planaire

La variation de la valeur du seuil optique en fonction de la fréquence d'excitation est présentée sur la figure IV.13. La courbe expérimentale montre au départ une croissance lente du seuil avec la f. A la fréquence f_c on observe une augmentation brutale du seuil, ensuite, le seuil remonte lentement avec la fréquence.

Nous présentons également sur la même figure une autre courbe expérimentale donnant la variation de la tension de diffusion en fonction de la fréquence située au dessus de la première courbe. La tension augmente lentement avec la fréquence. Nous avons déjà donné au paragraphe (IV.2.1 et 2) les déformations observées à l'échelle microscopique correspondant à la variation du seuil avec la fréquence.

IV.2.3.3. - Cas du cholestérique homéotrope le long des parois

Nous présentons sur la figure IV.14, des courbes expérimentales donnant la variation de la tension-seuil en fonction de la fréquence, pour différents produits et différents pas. Les courbes montrent d'une façon générale le même aspect de la dépendance, sauf une petite modification observée dans le comportement à basse fréquence ; lorsqu'on fait croître la fréquence très lentement à partir d'une valeur très faible : $f < 1$ HZ, la tension de seuil diminue très légèrement jusqu'à une valeur donnée : f_m, pour laquelle le seuil atteint une valeur minimum. La fréquence f_m est, en général, constante : de l'ordre de 10 HZ.

Cette modification mise à part, la variation du seuil en fonction de la fréquence se poursuit normalement comme dans les autres structures précédentes. En augmentant donc la fréquence lentement, le seuil croît continûment de façon très lente et parfois linéaire jusqu'à une certaine fréquence au delà de laquelle la variation devient plus brutale. Ensuite à une fréquence un peu plus élevée, le seuil monte brutalement à une valeur relativement élevée ; cette fréquence est appelée "fréquence-critique" f_c.

Si l'on continue à augmenter la fréquence, la variation de seuil reprend la croissance lentement.

Nous indiquons qu'il y a une fréquence distincte f_o plus élevée que f_c qui ne montre aucune modification sur la courbe de la dépendance, mais par contre, elle joue un rôle capital sur l'aspect de déformation au seuil ; nous avons déjà décrit cette influence au paragraphe (IV.2.2.3).

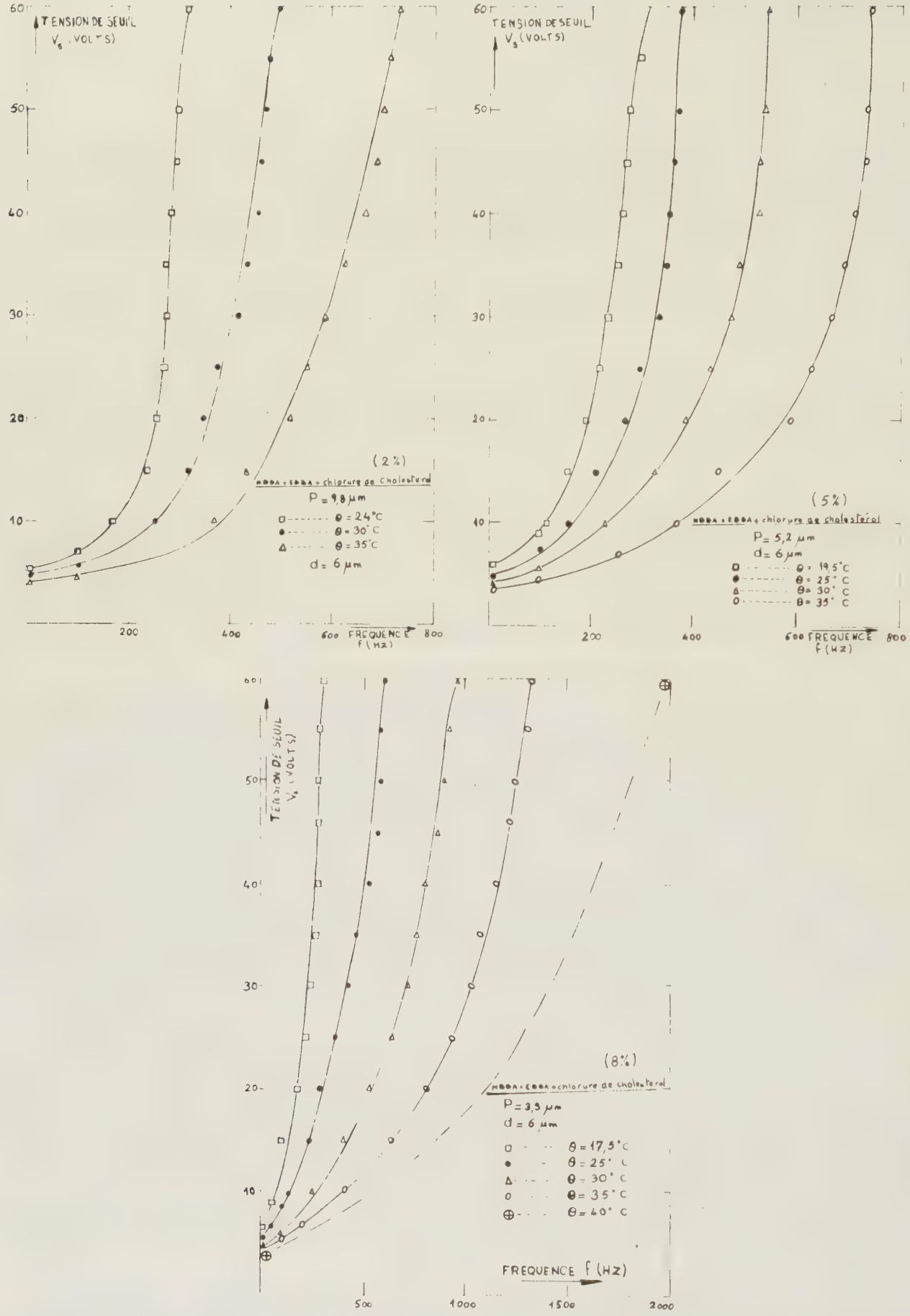


Fig. IV.15 : Variation de la tension-seuil en fonction de la fréquence d'excitation pour différentes températures , et différents pas P. L'épaisseur de la cellule est fixe. Le cristal liquide utilisé est le mélange :

MBBA + EBBA + CHLORURE DE CHOLESTEROL

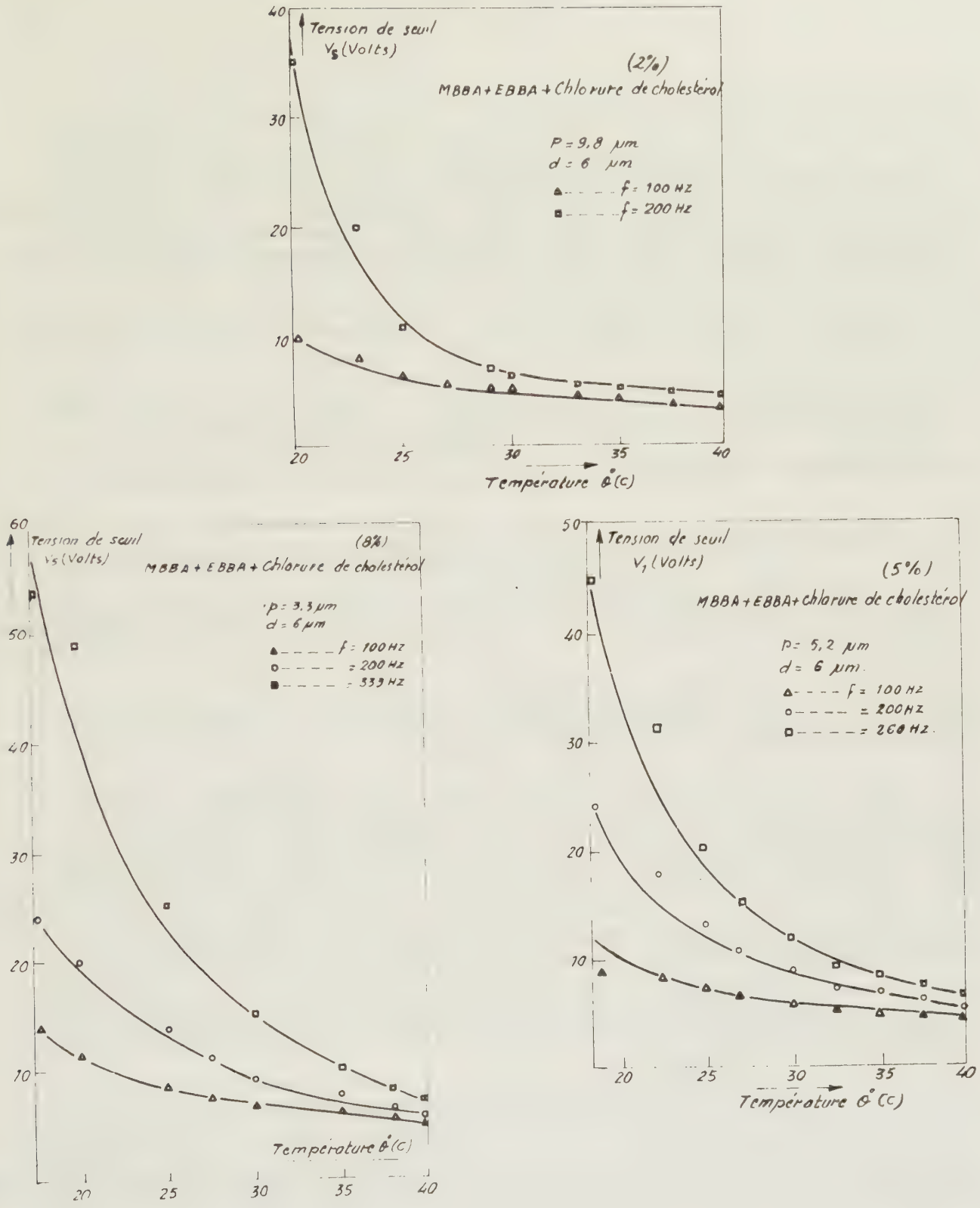


Fig. IV.16 : Variation de tension-seuil en fonction de la température. Les points expérimentaux sont donnés pour différents pas P et différentes fréquences d'excitation f. L'épaisseur de la cellule est fixe.

Il est important de donner ici l'aspect de la déformation à l'échelle microscopique, au point de la fréquence critique f_c. En fait la position de f_c raccorde, à la fois différents aspects de déformations. La figure IV.11 présente des photos microscopiques montrant la coexistence des déformations suivantes : prenons par exemple la photo (b) ;

- une partie claire présentant la structure planaire déformée par une ondulation faible (*).

- des lignes brillantes, peu déformées, indiquent le basculement local de l'axe hélicoïdal vers le sens parallèle aux parois

- des centres divers dus à la phase de diffusion dynamique.

IV.2.4 - Dépendance du seuil en fonction de la température

Bien que tous les mélanges réalisés fonctionnent à la température ambiante, celle-ci influe sur les paramètres physiques, ce qui conduit à modifier la valeur du seuil par l'intermédiaire de la viscosité.

Nos mesures expérimentales sont prises autour de la température ambiante : $17° < \theta(c) < 42°$.

La figure IV.15 montre que l'aspect général du seuil en fonction de la fréquence se déplace entièrement dans le sens de la droite en fonction de la température. Ceci signifie que la région de la phase de diffusion dynamique s'agrandit, ce qui fait que la gamme de la fréquence limitant la zone de diffusion dynamique s'élargit. Nous observons par exemple pour un pas de 3,3 µm, à la température de 40° degrés et une tension de 60 volts, la diffusion peut se produire jusqu'à la fréquence de 2000 HZ.

La dépendance directe de seuil en fonction de la température est donnée dans la figure IV.16 pour différents pas et différentes fréquences.

Au départ, à basse température, le seuil est élevé, puis il diminue rapidement avec la température, ensuite il diminue lentement ; ceci est observé pour des fréquences d'excitations élevées. Par contre, à basse fréquence, la variation est beaucoup plus faible. Le seuil en fonction de la température augmente avec la fréquence f, et il ne dépend que faiblement du pas P.

IV.3. - Discussion

Les structures initiales examinées ont été présentées sur la figure IV.1. Les structures initiales représentant, en particulier, la phase cholestérique basculée des mélanges cholestériques-nématiques, ont été présentées sur la figure IV.2. En général, ces structures, présentant des pas de l'ordre de quelques microns, peuvent

* Rault, communication privée.

s'agencer selon des textures complexes et différentes notamment lorsque le pas est faible. Une explication détaillée sur les déformations de la structure initiale, par l'interaction avec la surface, en fonction de l'épaisseur a été donnée au paragraphe IV.2. L'interprétation de la nature de la déformation obtenue et présentée sur la figure IV.3 est assez difficile car elle nécessite des essais optiques. Cependant nous pouvons interpréter l'évolution de la déformation par la variation de l'énergie élastique selon les conditions aux limites et l'épaisseur de l'échantillon. Or pour des épaisseurs très minces dont le rapport d/p est inférieur à 1, l'énergie est maximum ce qui conduit à une déformation maximum pour laquelle la plupart des molécules s'oriente normalement aux parois notamment aux limites où l'influence des surfaces est maximale (cf. Fig. IV.3.a) pour un rapport d/p $\simeq$ 1, il paraît que l'énergie tombe brusquement ce qui conduit à l'apparition des filaments apériodiques (cf. Fig. IV.3.b), dont la nature de la déformation a été très récemment donnée par Haas et al (53).

Pour des épaisseurs de 10 à 20 µm qui correspondent aux rapports d/p compris entre 1 et 2, la déformation devient périodique et constituée de lignes brillantes et noires, ce qui nous permet de dire que la structure induite est une phase cholestérique basculée (cf. Fig. IV.3.c à f).

Ensuite l'énergie diminue peu à peu pour atteindre finalement, pour des épaisseurs au-dessus de 20 µm, une déformation assez complexe, et la cellule, par conséquent, se met à diffuser la lumière transmise ou réfléchie (cf. Fig. IV.3.g à i).

En présence du champ électrique appliqué sur les structures initiales précédentes : une structure nématique homéotrope, une structure cholestérique planaire et une structure cholestérique basculée, nous observons des déformations différentes selon la fréquence d'excitation :

-pour des basses fréquences $f < f_c$, les déformations sont le plus compliquées du fait qu'elles sont dues à différents phénomènes ; des effets hydrodynamiques induits par l'intervention de déplacement des charges d'espaces et des effets diélectriques induits par l'interaction entre le champ et l'anisotropie diélectrique.

- pour des hautes fréquences $f > f_c$, les déformations peuvent être induites uniquement par l'interaction entre le champ et l'anisotropie diélectrique.

Par la suite nous allons discuter en détail le comportement et les déformations que nous pouvons observer, lorsque les textures précédentes sont soumises à un champ électrique. Nos interprétations seront accompagnées avec des courbes expérimentales et des photos microscopiques.

IV.3.1. - Le comportement à basse fréquence $f < f_c$

Lorsqu'on applique un champ électrique, soit un champ continu soit un champ alternatif à basse fréquence, on observe approximativement les mêmes types de déformations quelle que soit la configuration moléculaire de la structure initiale, pourtant le mécanisme de l'effet hydrodynamique induit par les deux types de champ n'est pas le même. Car dans le cas du champ continu, il y aura en plus l'effet de l'injection des charges par les électrodes.

Nous discuterons donc par la suite l'action d'un champ électrique à basse fréquence seulement.

IV.3.1.1. Cas du nématique homéotrope

La structure initiale est noire entre deux polariseurs croisés (cf. Fig. IV.1.b). L'application du champ électrique basse fréquence lentement nous permet d'observer l'apparition des différentes couleurs du spectre à partir d'une certaine valeur ; nous voyons par exemple la couleur jaune à 5,2 volts qui sera suivie par les autres couleurs en fonction de la tension, la figure IV.12 montre le seuil de la déformation.

Ce phénomène s'explique par l'effet du champ qui permet de faire tourner les molécules de façon collective. En fait c'est l'interaction entre le champ et les dipôles permanents qui est responsable avant que le déplacement des charges d'espaces intervienne.

Etant donné que l'anisotropie diélectrique est négative $\varepsilon_a = \varepsilon_{//} - \varepsilon_\perp < 0$ et la direction du champ appliqué est parallèle aux grands axes moléculaires, les molécules dans ce cas vont s'orienter dans le sens normal au champ : parallèle aux parois (cf. fig. IV.4.f) ; la structure déformée devient planaire.

Lorsqu'on augmente le champ, pour une certaine tension une valeur un autre aspect de déformation commence, il s'agit de l'apparition de domaines de Williams (12) ; la déformation est constituée des lignes brillantes qui sont normales à l'axe optique de la phase nématique (cf. Fig. IV.5.a). Cette déformation définit en général le seuil optique.

En faisant croître encore le champ au delà du seuil optique, les stries de Williams vont se détruire sous l'effet de l'écoulement ; pour un certain champ, le déplacement des charges d'espaces commence à traverser le milieu moléculaire et à créer un mouvement tourbillonnaire pour lequel la structure est soumise à l'effet hydrodynamique. Cette turbulence diffuse fortement la lumière transmise (cf. Fig. IV.7.c). Cet effet est appelé la diffusion dynamique (13).

Notre résultat n'est pas nouveau mais il vérifie et confirme ce qui a été déjà fait ; Helfrich (15) a montré théoriquement que l'instabilité hydrodynamique, au delà d'une tension-seuil, n'apparaîtra que si l'inégalité suivante est respectée :

$$(\varepsilon_{//} - \varepsilon_\perp)\frac{\sigma_\perp}{\sigma_{//}} + \frac{K_1}{\eta_1}\varepsilon_{//}\left(\frac{\varepsilon_\perp}{\varepsilon_{//}} - \frac{\sigma_\perp}{\sigma_{//}}\right) > 0$$

où K_1 est le coefficient d'élasticité de cisaillement, η_1 est la viscosité.

Cette étude a été étendue, de façon complète, par Dubois-Violette et al(b), l'excitation utilisée étant alternative pour toutes les fréquences possibles .

Les prédictions ayant été suggérées théoriquement, ont été vérifiées expérimentalement, en particulier, par le groupe d'Orsay (54, 55). Finalement une étude expérimentale à l'échelle microscopique, très récente, a été présentée par Shoichi Kai et al (56) montrant que l'aspect de la déformation entre le domaine de Williams et les chevrons est un réseau en forme de grille, pour une fréquence au dessous de f_c.

IV.3.1.2. - Cas du mélange cholestérique-nématique à structure planaire

La structue cholestérique planaire a déjà été étudiée par divers auteurs ; nous nous sommes donc contentés de reproduire, de vérifier leurs résultats, et de les comparer avec ceux que nous obtenons sur nos cellules à structure cholestérique homéotrope le long des parois (structure basculée).

La structure planaire est obtenue par la méthode de frottement. Le champ électrique est appliqué parallèlement à l'axe hélicoïdal h. L'anisotropie diélectrique est négative et celle de la conductivité est positive. Les mesures sont effectuées à la température ambiante.

Lorsqu'on applique la tension à basse fréquence , $f < f_c$, en l'élevant lentement, la structure ne se met à se modifier qu'à partir d'une tension pour laquelle apparait un réseau carré de lignes brillantes (cf. Fig. IV.8.a) qui sont des focales d'images optiques de la source lumineuse située à l'infini (34). Les axes principaux du réseau carré s'expliquent par des déformations périodiques orthogonales, qui sont de type de torsion ou flexion d'axes normaux à l'axe hélicoïdal. Une étude expérimentale détaillée sur cette déformation est présentée par Rondelez (34).

Théoriquement, la déformation de la structure planaire soumise à un champ électrique parallèle à h est décrite par les quatre équations données par Hurault (25).

$$(1) \qquad \gamma_1 (t_0 v_3 + \dot{\phi}) + \frac{\partial G_{elastique}}{\partial \phi} = 0 \quad .$$

$$(2) \qquad \gamma_1 \left(\dot{\theta} - \frac{\partial v_3}{\partial x}\right) + \frac{\langle \partial G \rangle}{\partial \theta} - \frac{\varepsilon_{\parallel} - \varepsilon_{\perp}}{8\pi} \left(\theta + \frac{E_x}{E}\right) E^2 = 0 \quad .$$

$$(3) \qquad \dot{q} + \frac{q}{\tau} + \sigma_H E \frac{\partial \theta}{\partial x} = 0 \quad .$$

$$(4) \qquad \rho \dot{V}_z = -\gamma_1 t_0^2 V_z - \bar{\gamma}_1 \frac{\partial \dot{\theta}}{\partial x} + \bar{\eta} \frac{\partial^2 V_z}{\partial x^2} + qE \quad .$$

où : θ et ϕ sont les angles de torsion et de flexion par rapport à la structure non perturbée et dépendant de X et z.

V est la vitesse d'écoulement.

q est la densité de charges d'espace.

γ_1, $\bar{\gamma}_1$ et $\bar{\eta}$ sont des coefficients de viscosité.

ρ est la densité du fluide.

τ est le temps de relaxation des charges d'espace.

où $\tau = \frac{1}{4\pi} \frac{\varepsilon_{//} + \varepsilon_\perp}{\sigma_{//} + \sigma_\perp}$.

$\varepsilon_{//}$ et $\varepsilon_\perp$ sont les constantes diélectriques.

$\sigma_{//}$ et $\sigma_\perp$ sont les conductivités parallèle et normal à l'axe optique local.

où $\sigma_H = -\frac{}{} (\sigma_{//} + \sigma_\perp)\left(\frac{\sigma_{//} - \sigma_\perp}{\sigma_{//} + \sigma_\perp} - \frac{\varepsilon_{//} - \varepsilon_\perp}{\varepsilon_{//} + \varepsilon_\perp}\right)$.

En supposant une déformation statique de la forme ;

$$\theta = \theta_0 \cos qz \sin kx$$

$$\phi = \phi_0 \sin qz \cos kx$$

La solution du système d'équations couplées est compliquée.

Donc la tension pour laquelle la déformation du réseau carré apparait est dite "tension-seuil" V_s.

$$(5) \qquad V_s^2 = 8\pi^3 \frac{\varepsilon_{//} + \varepsilon_\perp}{\varepsilon_\perp \varepsilon_a} \frac{1 + w^2\tau^2}{(\zeta^2 - 1) + w^2\tau^2} \left(\frac{3}{2} K_{22} K_{33}\right)^{1/2} \frac{d}{p} \quad .$$

où $\zeta^2 - 1 = \frac{\sigma_{//} - \sigma_\perp}{\sigma_{//} + \sigma_\perp} \frac{\varepsilon_\perp + \varepsilon_{//}}{\varepsilon_\perp - \varepsilon_{//}}$

K_{22} et K_{33} sont les constantes élastiques successivement de torsion et de flexion.

d est l'épaisseur de C.L.

P est le pas de C.L.

et la période de déformation Λ est :

$$\Lambda^2 = \left(\frac{3}{2}\,\frac{K_{33}}{K_{22}}\right)^{1/2} P d \qquad (6)$$

Donc la fréquence pour laquelle l'expression de la tension-seuil diverge est :

$$f_c = 2\sqrt{\xi^2 - 1}\;\;\frac{\sigma_{//} + \sigma_{\perp}}{\varepsilon_{//} + \varepsilon_{\perp}} \qquad (7)$$

où $\sigma_{//}$ et $\sigma_{\perp}$ sont les conductivités parallèle et perpendiculaire à l'axe optique local.

$\varepsilon_{//}$ et $\varepsilon_{\perp}$ sont les constantes diélectriques.

Finalement nous signalons que la déformation périodique en réseau carré n'est pas observée dans le cas où la structure cholestérique est le long des parois.

Lorsqu'on fait croître la tension appliquée au delà du seuil, la structure en réseau carré se déforme pour donner une autre structure tout à fait différente. Cette nouvelle structure se fait par le basculement de l'axe hélicoïdal qui devient localement parallèle aux parois. Dans l'ensemble, c'est une structure spiralée, qui est comparable à celle que nous avons obtenue dans le cas du cholestérique homéotrope. La distance entre deux lignes successives représente le demi-pas. Lorsqu'on coupe la tension en ce point, la structure relaxe assez rapidement vers l'état initial (structure planaire).

En augmentant la tension appliquée suffisamment, la structure spiralée sera détruite à cause du mouvement hydrodynamique et la cellule devient opaque à l'oeil nu. A l'échelle microscopique, la turbulence observée est analogue à celles qui ont été observées dans les cas du nématique et du cholestérique d'alignement homéotrope ; il s'agit de la diffusion dynamique. Par la coupure de la tension en ce point, la cellule retourne lentement à l'état initial.

IV.3.1.3. - Cas du cholestérique à alignement homéotrope sur les parois

Les résultats expérimentaux précédents nous ont permis de constater très clairement le rôle important du rapport d/p sur les aspects de déformations observés en présence du champ électrique.

- pour de faibles concentrations : dans ce cas nous avons obtenu un très bon résultat, basé sur l'obtention de la structure hexagonale à partir d'un champ électrique basse fréquence ; nous pouvons dire qu'un nouvel effet "mémoire" peut arriver par la transition suivante :

structure homéotrope (cholestérique déformé) $\xrightarrow{Ec}$ diffusion-statique.

Le mécanisme de la transition se fait par l'excitation de l'état initial (homéotrope) jusqu'à la phase de diffusion dynamique, et ensuite la suppression du champ électrique. La nature de la déformation est assez compliquée. Cependant nous interprétons cet effet par la destruction de la structure cholestérique homéotrope de telle sorte que les forces élastiques dues aux parois ne soient pas capables de faire tourner les molécules à leurs positions initiales après la suppression du champ, et la structure cholestérique même ne peut pas se rétablir après la destruction de ses plans. Elle essaie donc de se stabiliser sur une structure cholestérique déformée par des dislocations que nous avons déjà expliquées.

Les avantages que nous pouvons en tirer sont : la tension de commande est faible, comprise entre 10 et 20 volts ; le temps de réponse est relativement rapide : de l'ordre de dixième de m.sec. ; le temps de descente est très long durant des heures même des jours ; la diffusion statique est stable ; l'effet est réversible, reproductible, effaçable et contrôlable électriquement.

Le seul inconvénient observé est l'abaissement du niveau de diffusion.

On ajoute finalement que cet effet électro optique présente un grand intérêt dans le domaine de la visualisation. Par ailleurs cet effet mérite une nouvelle voie d'étude autant théoriquement qu'expérimentalement.

- pour des concentrations moyennes : où le rapport d/p est défini par la gamme de : $1 \lesssim d/p \lesssim 3$.

Nous avons déjà signalé que dans cette gamme nous avons pu obtenir l'effet "mémoire" à partir de la transition suivante :

structure cholestérique basculée $\longrightarrow$ diffusion-statique.

Nous interprétons ce résultat par la destruction entière de la structure spiralée (obtenue au seuil optique) par un champ électrique à basse fréquence qui crée un mouvement hydrodynamique, de sorte que les forces élastiques dues aux parois ne peuvent pas annuler la déformation obtenue après la suppression du champ appliqué ; la déformation turbulente demeure en forme statique. Le retour à l'état initial se fait par un champ électrique à haute fréquence qui interagit uniquement sur l'anisotropie diélectrique,

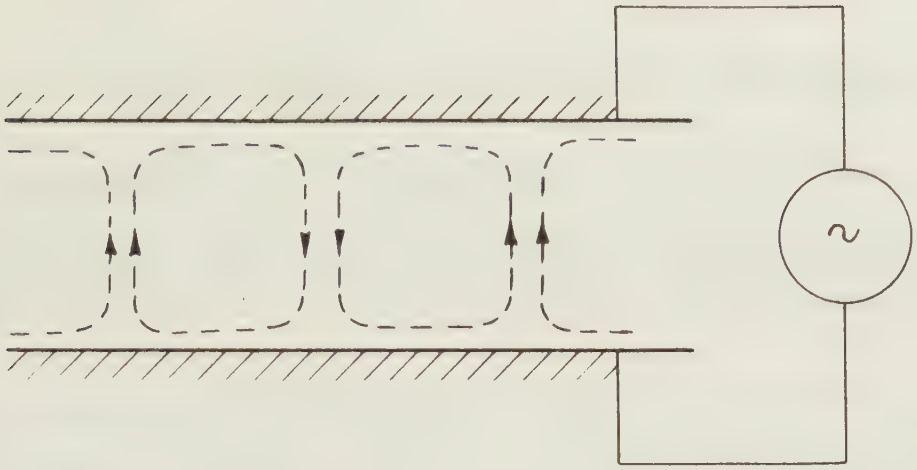


Fig. IV.17 : L'écoulement dans le domaine de Williams sous l'effet du champ à basse fréquence $f < f_c$.

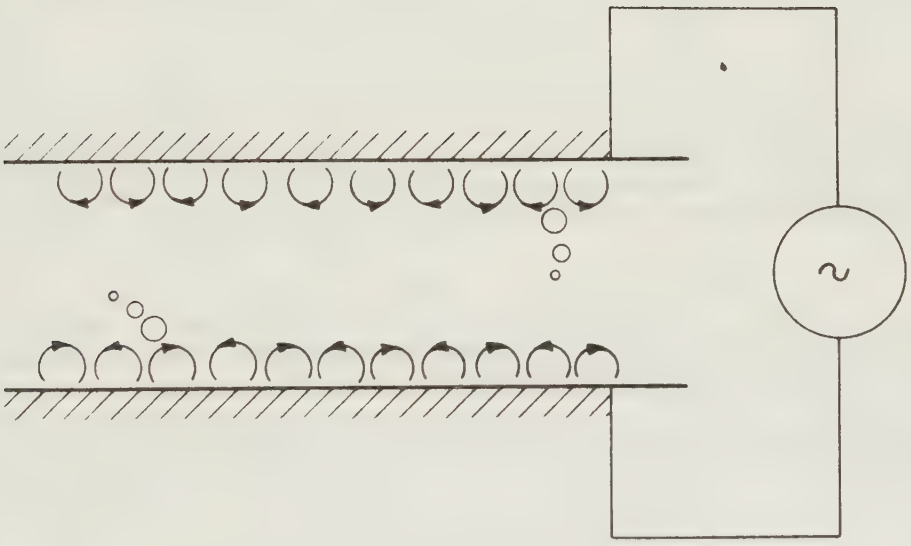


Fig. IV.18 : L'écoulement dans la structure de chevrons, sous l'effet du champ électrique à haute fréquence $f > f_c$.

si bien que l'effet hydrodynamique est parfaitement exclu.

IV.3.2. - Le comportement à haute fréquence $f > f_c$

Nous tentons de donner ici une explication vraisemblable pour les déformations que nous avons observées au paragraphe (IV.2.2), en particulier dans le cas du cholestérique basculé.

IV.3.2.1. - Dans le cas du nématique homéotrope

Différentes déformations peuvent apparaître en fonction du champ : à partir d'une tension-seuil donnée par la relation :

$$V_c = 2\pi \left(\frac{\pi K_{33}}{|\varepsilon_a|} \right)^{1/2} \quad \text{en C.G.S}$$

où K_{33} est la constante élastique en flexion et $\varepsilon_a = \varepsilon_{//} - \varepsilon_{\perp} < 0$ est la constante de l'anisotropie diélectrique.
Nous observons sous microscope pour une lumière polarisée, l'apparition d'une série de spectres de couleurs successives.

L'explication de cette déformation, qui a été donnée par plusieurs auteurs, est définie par l'élimination de l'influence des charges d'espaces par un champ haute fréquence qui agit uniquement sur l'anisotropie diélectrique produisant la rotation de la direction d'alignement des molécules et induisant par conséquent la variation de biréfringence. Le basculement complet de molécules se fait pour un champ suffisamment élevé (cf. fig. IV.4).

Une autre déformation peut apparaître, lorsque le champ atteint une certaine valeur, qui est constituée d'une structure de chevrons (cf. fig. IV.10.a). Une étude détaillée a été effectuée par Durant et al (54) montrant la dépendance de la période spaciale de la déformation de la fréquence d'excitation.

Une explication assez récente (56) a été donnée à cette région par comparaison avec les domaines de Williams disant que des petits écoulements tourbillonnaires (Scale flow) apparaissent près des surfaces des conducteurs, et s' étendent progressivement vers le centre, tandis que dans le cas de domaines de Williams, ces écoulements occupent tout le volume comme le montre les figures IV.17 et IV.18.

Avec une forte excitation, l'écoulement augmente de telle sorte que le mouvement hydrodynamique induit, détruit la structure en "plume" (de chevrons). A ce moment là l'apparence externe est opaque. Lorsqu'on coupe la tension appliquée, la structure relaxe rapidement vers la structure initiale : homéotrope.

IV.3.2.2. - Cas de cellules à structure cholestérique planaire

Nous avons fait un certain nombre de mesures comparatives sur des cellules où l'alignement des molécules le long des parois est parallèle et non plus perpendiculaire à celles-ci. On obtient une structure cholestérique planaire dans laquelle l'axe hélicoïdal est normal aux parois et parallèle au champ électrique appliqué.

La déformation au seuil optique pour une fréquence élevée : $f > f_c$, est un réseau carré de focales dont la période spatiale est très faible (cf. fig. IV.8.b). Ce type de déformation est semblable à celui qui est observé à basse fréquence : $f < f_c$ sauf pour la période spatiale. Par ailleurs jusqu'à présent aucune théorie n'a été publiée sur le régime haute fréquence dans le cholestérique car le calcul parait très complexe. Cependant une étude expérimentale détaillée a été présentée par Rondelez (**34**) montrant la difficulté de l'interprétation des déformations obtenues dans l'effet d'instabilité de haute fréquence pour les cholestériques.

Dans notre expérience nous avons observé que la déformation au seuil optique pour une fréquence voisine de la fréquence critique f_c n'est pas évidente, car divers types de déformations peuvent coexister : des zones diverses montrant le réseau carré ; des spirales qui sont dues au basculement local de l'axe hélicoïdal ; des fils de disclinaisons mouvants ; et enfin quelques taches dues à la structure planaire initiale qui n'est pas encore déformée.

Si la tension est alors coupée, la structure retourne spontanément à l'état initial en un temps de l'ordre de 1 sec. Ce retour se fait sous l'effet des parois. Or si on fait croître la tension au delà du seuil, le réseau carré détruit par le mouvement hydrodynamique, et partant, la structure devient turbulente ; nous observons donc de nouveau la diffusion dynamique dont l'apparence de la cellule est opaque.

IV.3.2.3. - Dans le cas du mélange cholestérique-nématique dont la structure est un cholestérique basculé

L'alignement des molécules le long des parois est homéotrope. Le champ électrique à haute fréquence est appliqué perpendiculairement aux parois où l'anisotropie diélectrique est négative.

La déformation observée ici diffère de ce que nous avons décrit à basse fréquence.

Lorsqu'on applique le champ en l'élevant lentement on observe deux transitions successives dont les déformations correspondantes sont fondamentalement différentes.

première transition

Cette transition est définie par le basculement de l'axe hélicoïdal vers le sens normal aux parois. Cet effet est dû à l'application de la tension électrique à haute fréquence $f > f_c$ ce qui tend à orienter les molécules perpendiculairement à la direction du champ et donc parallèlement aux parois, du fait que l'anisotropie diélectrique est négative. Les déformations induites sont donc dues seulement à l'action du champ électrique sur le dipôle permanent des molécules sans faire aucun déplacement d'ions (des charges d'espaces ou des charges injectées par les électrodes).

Sous microscope nous avons observé au cours de la transition, la disparition lente des lignes brillantes constituant la structure initiale de la phase cholestérique basculée, lorsqu'on augmente la tension progressivement, puis toutes les lignes brillantes disparaissent pour une certaine tension. Cet état de déformation est montré sur la figure IV.4.

Nous précisons ici que le mécanisme de la transition se fait par l'évolution suivante : étant donné que la direction du champ est approximativement normale à l'axe hélicoïdal $\vec{h}$, et que l'anisotropie diélectrique est négative, nous observons d'abord la réorientation des axes moléculaires dans le sens parallèle aux parois lorsque la tension atteint une certaine valeur. Cette déformation, qui demeure très provisoirement, est une phase nématique planaire, mais sous l'effet d'élasticité défini par la déformation en "torsion", la structure nématique planaire induit finalement la structure cholestérique planaire.

Théoriquement, Hurault et al (26) ont présenté un modèle de calcul donnant l'expression du champ seuil, dans le cas où un champ électrique haute fréquence est appliqué perpendiculairement à l'axe hélicoïdal $\vec{h}$ dont l'anisotropie diélectrique est négative :

$$E_p = -4\pi \left(\frac{\pi}{\varepsilon_a} \frac{1}{dP} \left(6 K_2 K_3 \right)^{1/2} \right)^{1/2} .$$

où ε_a est l'anisotropie diélectrique, P est le pas du cholestérique
d est l'apaisseur de l'échantillon. K_2 et K_3 sont respectivement les constantes élastiques en torsion et en flexion.

Lorsqu'on annule le champ appliqué brusquement, la structure initiale se réforme systématiquement sous l'effet des parois en quelques secondes.

En fait le mode d'annulation du champ influe sur la valeur du champ critique induisant la transition précédente c'est-à-dire qu'en faisant diminuer la tension lentement nous constatons que la structure initiale ne réapparait pas juste quand la valeur du champ atteint la valeur critique Ep observée en montant, mais la structure initiale réapparaît pour une valeur plus basse. Nous déduisons donc un rapport de $E_p\uparrow / E_p\downarrow$ toujours supérieur à 1. Expérimentalement

nous avons remarqué que ce rapport est situé dans une gamme comprise entre 2 et 4. De notre côté nous ne pouvons pas donner une explication convaincante à ce phénomène.

Nous avons remarqué expérimentalement que le champ critique Ep est indépendant de la fréquence ; pratiquement nous sommes arrivés à une fréquence de l'ordre de 100 KHZ, la figure IV.14 montre la linéarieté de Ep en fonction de la fréquence.

Le grand intérêt de cette transition en ce qui nous concerne c'est la possibilité de faire retourner la structure déformée par l'effet hydrodynamique décrite au paragraphe (IV.3.1.3) dont l'apparence externe est opaque, à la structure planaire uniforme pour laquelle l'apparence est transparente. Cette transition traduit donc le mécanisme de l'effacement de la diffusion statique (effet mémoire). Au chapitre suivant nous donnerons des mesures expérimentales à ce propos.

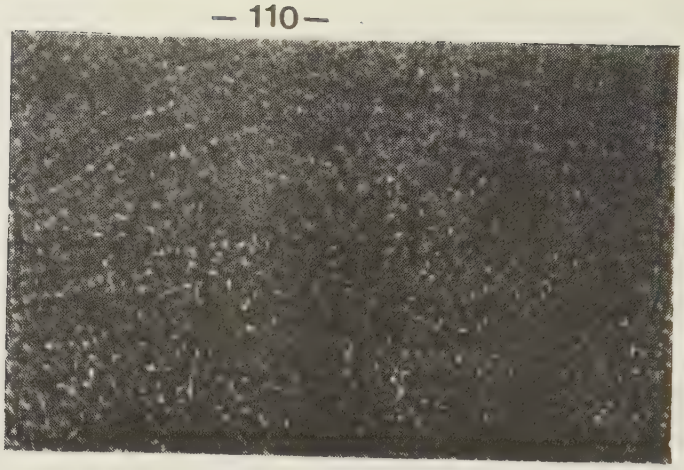
Deuxième transition

Pour une tension croissante au delà de la valeur critique Ep représentant la première transition, la structure planaire obtenue demeure jusqu'à une certaine valeur de tension, pour laquelle nous observons différents types de déformations qui dépendent de la concentration en cholestérique ; plus précisément du rapport de l'épaisseur d sur le pas P : d/p, et de la fréquence f. Une description de l'évolution de la déformation en fonction du champ et de la fréquence au dessus de la fréquence critique f_c, a été présentée au paragraphe (IV.2.2), mais ici nous essayons de donner une explication relative à notre connaissance.

Juste au seuil optique nous observons des déformations statiques : pour une fréquence comprise entre f_c et f_o, la déformation est constituée de lignes non rectilignes (distordues) séparant la structure planaire (cf. fig. IV.11.a). Cette déformation s'explique par le basculement très local de l'axe hélicoïdal qui commence, en général, à partir des grains de poussière distribués au hasard. Au delà du seuil optique le nombre de lignes se multiplie, celles-ci se mettent à se déplacer avec un mouvement compliqué : ce mouvement est de nature hydrodynamique qui indique la première apparition de la phase de diffusion dynamique. L'état de turbulence peut être atteint parfaitement pour quelques volts plus élevées. Donc l'effet d'instabilité hydrodynamique réaparait de nouveau, ce qui traduit l'existence de déplacement des charges d'espaces à travers le milieu, ce qui signifie également que la conductivité du milieu n'est plus nulle.

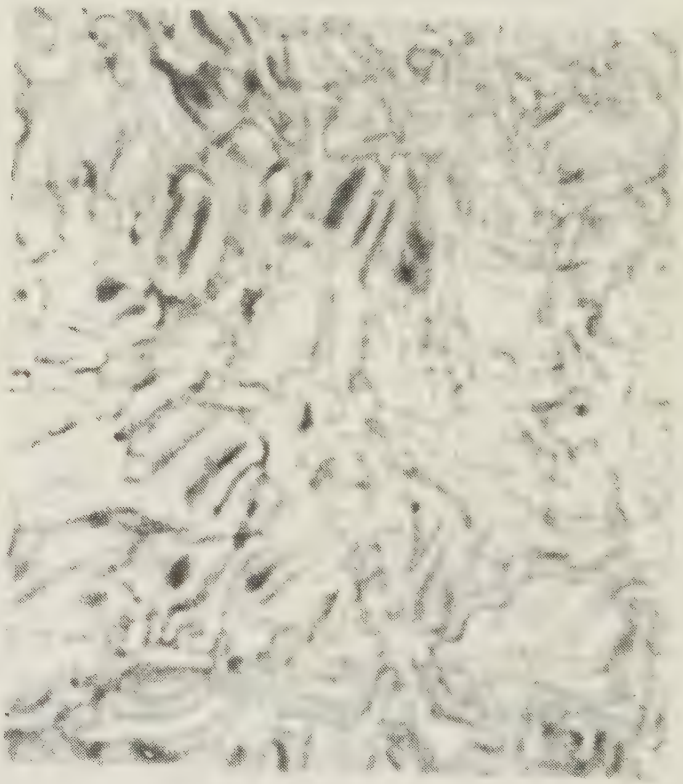
La gamme de fréquence de f_c à f_o dépend du pas du cholestérique ; $f_o - f_c \sim P$ (cf. Fig. IV.14). La valeur de la fréquence f_o varie autour d'une fréquence de l'ordre de 250 HZ.

Pour des fréquences au dessus de f_o, nous avons déjà signalé que nous observons l'apparition d'un réseau hexagonal auprès de seuil optique qui est illustré dans la figure (IV.10.b), la période spaciale entre les centres est très faible ; elle est très



a

b



c

Fig. IV.19 :

Les déformations observées, lorsque la fréquence d'excitation est supérieure à f_0, pour différents pas. Le cristal liquide utilisé est un mélange cholestérique-nématique dont l'alignement est homéotrope le long des parois (structure basculée).

a) mélange de MBBA + EBBA + carbonate de cholestérol et d'oléol (8 %), dont le pas est p = 5 µm, le rapport $d/p \simeq 1$.
b) mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (1 %), dont le pas est p = 19,5 µm. Le rapport $d/p < 1$.
c) mélange de MBBA + EBBA + chlorure de cholestérol (1 %), dont le pas est p = 25 µm. Le rapport $d/p \ll 1$.

L'épaisseur de la cellule d = 6 µm. Grossissement G = 400X.

Température θ = 21°C.

inférieure à l'épaisseur de la cellule et au pas du mélange. Nous ne pouvons pas donner une explication convaincante à ce type de déformation. Par ailleurs, cette déformation devient invisible ou plutôt éventuellement disparait lorsque les pas des mélanges sont grands : $d/p \ll 1$; et est remplacée par une autre déformation assez trouble qui n'est pas du tout lisible, nous nous contentons de le présenter, (cf. fig. IV.19.b,c).

On ajoute finalement que la structure spiralée, observée au seuil à basse fréquence, n'apparait plus à haute fréquence.

IV.3.3. - Dépendance du seuil en fonction de la fréquence

Le seuil de l'instabilité électrohydrodynamique dépend de la fréquence d'excitation (16). Cette analyse théorique de l'excitation alternative est généralisée à partir de la théorie de Carr (14) et d'Helfrich (15), qui ont donné le premier mode à cet égard concernant le cristal liquide nématique. W. Helfrich (37) a étendu ce mode dans le cas du cholestérique.

Notre étude expérimentale a porté sur trois types de structure : la structure nématique homéotrope dont l'axe optique est perpendiculaire aux parois et parallèle au champ électrique appliqué, la structure cholestérique (mélange ch.-n.) planaire dont l'axe hélicoïdal est perpendiculaire aux parois et parallèle au champ, la structure cholestérique (mélange ch.-n.) basculée à alignement homéotrope le long des parois, qui se comporte comme une structure hélicoïdale d'axe parallèle aux parois et normal au champ.

Nous nous limiterons au cours de nos mesures aux cas de l'anisotropie diélectrique négative : $\varepsilon_{\parallel} - \varepsilon_{\perp} = \varepsilon_a < 0$; où les molécules ont tendance à s'orienter normalement au champ, et de l'anisotropie de conductivité positive : $\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp} = \sigma_a > 0$. Les mesures ont été effectuées sur des cellules d'épaisseur constante, fixée à 6 µm.

IV.3.3.1. - Tension-seuil en fonction de la fréquence dans le cas des nématiques

Dans l'état initial, les molécules s'orientent selon l'axe z. Sous l'action du champ électrique $\vec{E}$ (t), l'axe moléculaire tourne localement d'un angle φ (x), qui est un mode de flexion. La perturbation sous l'effet du champ p est décrite donc par deux variables : la densité de charges q et la courbure locale de l'axe $\psi = \partial\varphi/\partial x$. Ceux-ci sont donnés par deux équations (16) :

— La relation de conservation de la charge induit, par le développement au premier ordre, l'équation de variation de la densité de charge q :

$$\dot{q} + \frac{q}{\tau} + \sigma_{\perp} \psi E(t) = 0 \qquad (1)$$

et l'équation concernant la courbure ψ s'obtient à partir des équations de Leslie :

(2) $$\dot{\psi} + \frac{\psi}{T} + q E(t)/\eta = 0$$

où : $\tau = \varepsilon_{//}/4\pi\sigma_{//}$ est le temps de relaxation diélectrique

(3) $$\sigma_H = \sigma_{//}(\varepsilon_\perp/\varepsilon_{//} - \sigma_\perp/\sigma_{//})$$

T est le temps de réponse d'alignement moléculaire qui dépend du champ électrique appliqué par la relation :

(4) $$\frac{1}{T(t)} = \left(\frac{1}{\gamma_1} + \frac{1}{\eta_0}\right)\left(-\frac{\varepsilon_\perp}{\varepsilon_{//}}\frac{\varepsilon_a}{4\pi}E^2 + K_3 k^2\right)$$

γ_1 et η_0 et η sont des coefficients de viscosité, définis dans la référence (16) en tenant compte des coefficients de Leslie - E rickson.

K_3 est la constante élastique de flexion.

k est le vecteur d'onde de perturbation.

On peut mettre le temps de réponse sous une formule de :

(5) $$\frac{1}{T} = \frac{\varepsilon_a}{\eta}(E_0^2 + E^2)$$

où E_0 et E sont inversement proportionnels à l'épaisseur de la cellule d (15)·Et E_0 est une constante qui traduit le couple élastique de rappel vers la position initiale.

Les effets qui peuvent être observés dépendent des valeurs de $1/\tau$ et $1/T$ par rapport à la fréquence du champ électrique appliqué. Ceci permet de distinguer deux régimes différents.

- Régime de conduction : Il a lieu aux basses fréquences $\omega\tau \ll 1$ tel que $T \gg \tau$ et $\omega T \gg 1$. T est peu dépendant du temps, et pour un champ E (t) assez faible. $\psi E(t)$ suit la variation du champ. D'après l'équation 2, la seule composante de Fourier de ψ est à la fréquence o ; q est donc modulé à la fréquence ω par le champ E (t) suivant l'équation 1. Ce régime, où commence la perturbation hydrodynamique, correspond au domaine de Williams (12). La relation de compatibilité entre les deux équations donne le champ critique correspondant à l'instabilité hydrodynamique (57).

(6) $$\bar{E}_c^2 = \frac{1}{2}E_M^2 = E_0\frac{1+\omega^2\tau^2}{\zeta^2-(1+\omega^2\tau^2)}$$

au delà de ce seuil, on entre dans la zone de diffusion dynamique.

(7) $E_0/(\zeta^2-1)^{1/2}$ est le seuil statique de Helfrich. (15).

ζ est une constante sans dimension telle que

(8) $$\zeta^2 = \left(1 - \frac{\varepsilon_{//}}{\varepsilon_a}\frac{1}{1+\eta_0/\gamma_1}\right)\left(1 - \frac{\sigma_\perp}{\sigma_{//}}\frac{\varepsilon_{//}}{\varepsilon_\perp}\right)$$

L'équation 6 permet de déterminer la fréquence de coupure w_c :

(9) $$w_c = \frac{(\xi^2 - 1)^{1/2}}{\tau}$$ on en déduit que w_c est proportionnelle à la conductivité car $1/\tau \sim \sigma_{//}$ (58).

A la fréquence w_c la tension augmente rapidement et sort du domaine de validité des approximations faites. Une comparaison entre la relation 6 et nos mesures est présentée dans la figure IV.12.I.

- Régime diélectrique : Il a lieu aux fréquences élevées où $w \gg w_c$ ou $w\tau \gg 1$; les charges q ne s'écoulent plus, c'est-à-dire qu'elles ne sont pas capables de suivre la variation d'excitation E (t) donc q est statique (la densité de charge q devient indépendante du temps), donc Ψ est alors modulé par le champ appliqué E (t), avec des composants de $w, 3w, \ldots$, etc. Le seuil est donné par une relation de la forme : $\bar{\tau} \cdot w$ = constante $C(\xi)$ (10) ; E_0 étant négligeable devant E (t). A partir d'un champ élevé, $1/\bar{\tau}$ est essentiellement proportionnel à $\bar{E}^2$, donc de l'équation 10, on obtient le champ-seuil : $E_c^2 =$ (constante). w (11) d'où E est proportionnel à $w^{1/2}$.
Nos résultats expérimentaux sont en bon accord avec cette analyse comme le montre la figure IV.12.II.

A l'échelle microscopique, nous avons observé des lignes de "chevrons", dont l'intervalle entre les stries parallèles est inférieur à l'épaisseur de la cellule.

L'effet de diffusion de la lumière ne se produit que lorsque ces lignes se déplacent pour des champs un peu plus élevés.

IV.3.3.2. - Tension-seuil en fonction de la fréquence dans le cas du mélange cholestérique-nématique en configuration planaire

Le comportement de la tension de seuil, en fonction de la fréquence permet de distinguer deux régimes différents par leurs propriétés : régime de conduction (instabilité à basse fréquence), régime "diélectrique" (instabilité à haute fréquence). De même que dans les nématiques, la fréquence de coupure f_c sépare les deux régimes.

Le champ électrique est appliqué parallèlement à l'axe hélicoïdal. Le C.L. est un mélange "cholestérique-nématique" dont l'anisotropie diélectrique est négative et l'anisotropie de conductivité est positive. L'épaisseur de l'échantillon est fixe : $d = 6\ \mu m$. L'effet d'injection des charges par les électrodes est négligé du fait que le champ utilisé est alternatif.

Une étude théorique commencée par W. Helfrich (24, 37), a été poursuivie récemment par J.P. Hurault (25) et confirmée expérimentalement par F. Rondelez (38). Cette étude fournit la tension-seuil en fonction de la fréquence d'excitation dans les deux régimes :

$$f < f_c \text{ et } f > f_c$$

- Pour le régime de conduction : $f < f_c$, l'analyse présentée au paragraphe (IV.3.2.2.) donne la dépendance du seuil en fonction de la fréquence.

Dans la figure IV.13 nous présentons une courbe expérimentale pour cette dépendance. Le seuil croît continûment avec la fréquence f. Cette croissance est lente jusqu'à $\simeq$ 75 % f_c, au delà, et jusqu'à f_c, l'augmentation est plus rapide. A la fréquence f_c, la tension de seuil s'accroît brutalement. La même figure montre également le seuil de commencement de la diffusion dynamique qui est un peu plus élevé.

Il faut signaler qu'au seuil dans ce régime, nous avons observé le réseau carré de lignes brillantes (cf. IV.8.a) présentant les deux déformations périodiques orthogonales (51). La période de ce réseau carré statique est indépendante de la fréquence jusqu'à la valeur limite f_c.

- Pour le régime "diélectrique" : $f > f_c$.

L'étude présentée par Hurault (25) indique que la dépendance de la tension-seuil en fonction de la fréquence peut suivre la relation :

$$E_c = 2 (w/\lambda)^{1/2} / \xi$$

où $1/\lambda$ a la dimension de la viscosité (en ESU).

Expérimentalement nous présentons nos mesures dans la fig. IV.13.II qui montre la variation de la tension-seuil de façon parabolique en fonction de f et montre également la relation linéaire $V_c \sim \sqrt{f}$.

IV.3.3.3. - Tension-seuil en fonction de la fréquence dans le cas du cholestérique basculé

La présence d'un champ électrique sur la structure cholestérique basculée, de sorte que l'alignement est homéotrope le long des parois, nous permet de distinguer également deux régimes différents par leurs propriétés et selon la valeur de la fréquence par rapport à la fréquence de coupure f_c : instabilité à basse fréquence $f < f_c$ et instabilité à haute fréquence $f > f_c$.

Le cristal liquide utilisé est un mélange "cholestérique-nématique" dont l'anisotropie "diélectrique" est négative : $\varepsilon_{/\!/} - \varepsilon_{\perp} = \varepsilon_a < 0$ et l'anisotropie de conductivité est positive $\sigma_a > 0$

En champ croissant, l'aspect optique observé, à l'aide d'une lumière transmise, qui représente une structure d'un réseau de lignes brillantes (état initial) reste jusqu'à un certain champ : seuil-optique, à partir duquel l'aspect précédent subit des déformations que nous avons déjà discutées.

Le champ seuil dépend donc de la fréquence d'excitation.

- Régime "conducteur" : $f < f_c$:

Dans ce régime nous définissons optiquement la tension de seuil de cet effet, par l'apparition de la déformation des spirales qui se produit jusqu'à la fréquence limite f_c. Lorsqu'on fait croître la fréquence du champ de commande très lentement à partir d'une valeur très faible : f = 0,5 HZ, nous observons différents aspects de la variation de tension-seuil. Les mesures ont été effectuées pour des pas compris entre 2 et 25 µm environ, en faisant varier la nature et la concentration du cristal liquide cholestérique dans le mélange, ce qui conduit donc à un rapport d/p compris entre 1/4 et 3.

A très basse fréquence, nous avons constaté l'existence d'une fréquence f_m de valeur constante pour laquelle la tension de seuil optique est minimum : f_m = 10 HZ (cf. Fig. IV.14). Nous n'avons pas d'explication convaincante pour ce phénomène. Ensuite, le seuil croît continûment avec la fréquence f. Cette variation est très lente et linéaire jusqu'à une certaine fréquence f qui dépend du pas du mélange : $f_c - f \sim 1/p$. Au delà de cette fréquence et jusqu'à f_c, la variation est de plus en plus rapide et semblable à l'analyse donnée au paragraphe (IV.3.2). A la fréquence f_c, la tension de seuil s'accroît brutalement.

- Régime "diélectrique" :

Les courbes expérimentales illustrées dans la figure IV.14 pour plusieurs produits et plusieurs pas, nous permettent de déduire que la variation de la tension-seuil optique en fonction de la fréquence au delà de f_c est une variation parabolique :

$$V_s \sim (f)^{1/2}$$

La figure IV.20 montre la variation linéaire de V_s en fonction de $\sqrt{f}$ pour plusieurs pas, qui montre également que la tension-seuil ne dépend pas faiblement de la valeur du pas, quand il s'agit du rapport $d/p \gtrsim 1$. Par contre la **pente** de la variation précédente au cas du rapport de $d/p < 1$ s'approche de celle qui est due au cas de nématique pur ; ce qui confirme que le comportement d'un mélange cholestérique-nématique dont le pas est suffisamment élevé : $d/p \ll 1$, s'approche approximativement du cas de nématique pur.

Dans la même figure précédente, nous constatons que la variation de seuil en fonction de $(f)^{1/2}$ est toujours linéaire dans les deux cas : cholestérique et nématique.

Il est à signaler que la courbe expérimentale représentant la variation de seuil avec la fréquence dans le régime diélectrique ne montre pas de discontinuité quand la fréquence passe par la valeur f_o pour laquelle nous avons déjà observé une transformation fondamentale de l'aspect optique de la déformation au seuil.

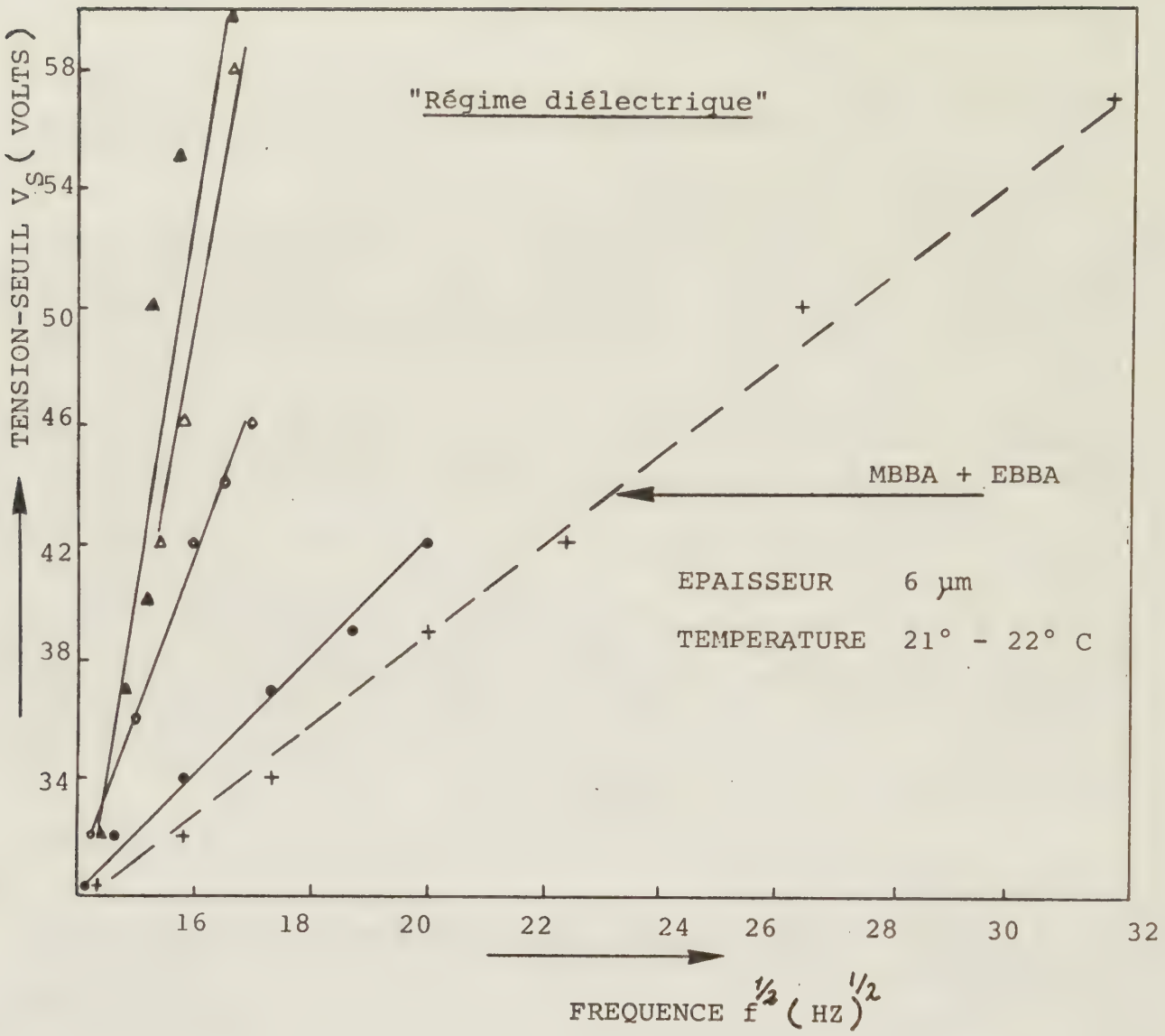


Fig. IV.20. :

Variation de la tension-seuil en fonction de la racine carrée de la fréquence d'excitation : variation linéaire. Dans le régime diélectrique.

Les points expérimentaux sont donnés pour deux phases différentes.

I - Un mélange nématique de MBBA + EBBA (+)
II - Des mélanges cholestériques nématiques :

▲ — — — — — MBBA + EBBA + Nonanoate de Cholestérol (8 %) Pas P = 3,7 µm
● — — — — — MBBA + EBBA + Nonanoate de Cholestérol (1 %) P = 19,5 µm
△ — — — — — MBBA + EBBA + Chlorure de Cholestérol (5 %) P = 5,2 µm
○ — — — — — MBBA + EBBA + Carbonate de Cholestérol et d'oléol (5 %) P = 9 µm

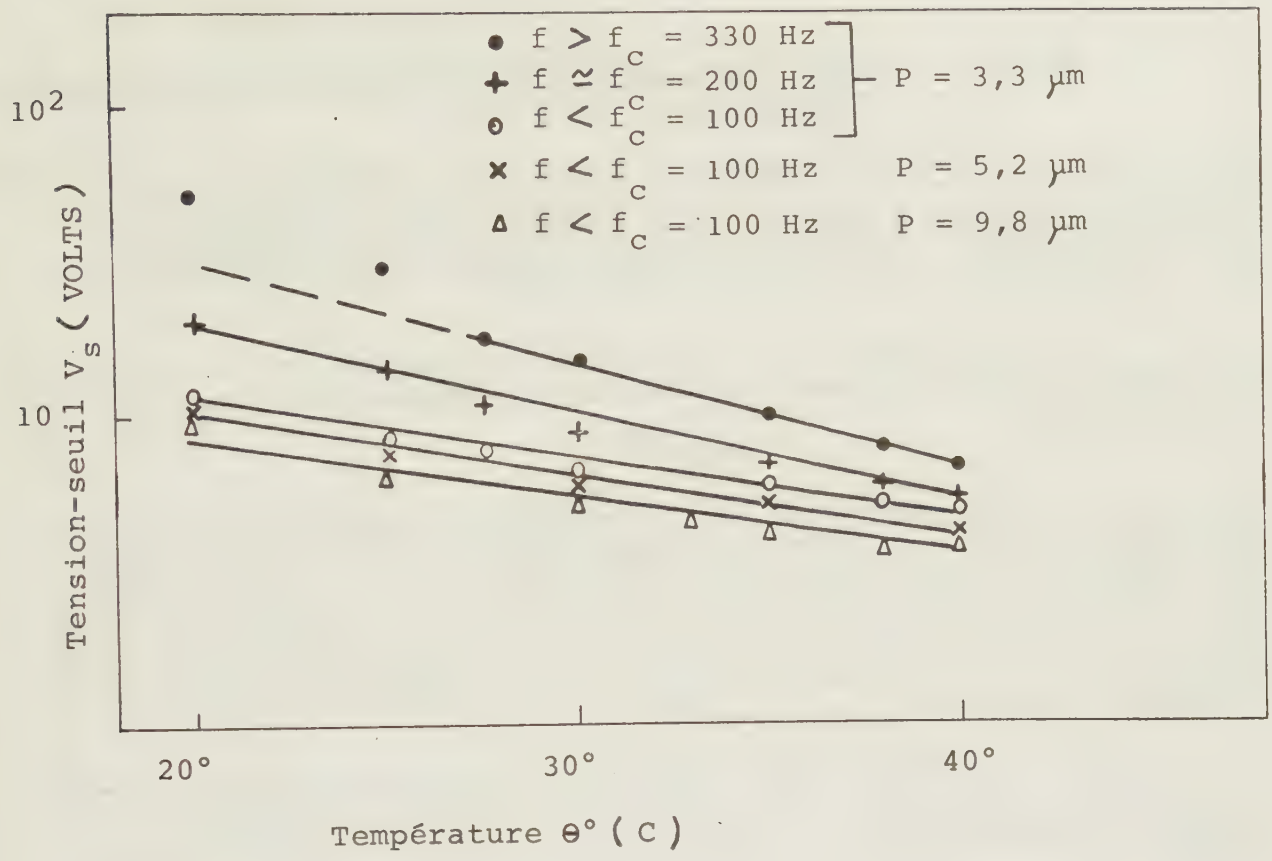


Fig. IV.21 . :

Courbes expérimentales donnant la variation de la tension de seuil en fonction de la température. Les points de mesures sont donnés pour différentes fréquences et différents pas :

			concentration en cholestérique
●	f = 330 Hz,	P = 3,3 µm	8 %
+	f = 200 Hz,	P = 3,3 µm	8 %
o	f = 100 Hz,	P = 3,3 µm	8 %
X	f = 100 Hz,	P = 5,2 µm	5 %
Δ	f = 100 Hz,	P = 9,8 µm	2 %

Ils sont portés sur une échelle semi-logarithmique.

L'épaisseur de l'échantillon est d = 6 µm.

Le cristal liquide utilisé est un mélange de :

MBBA + EBBA + Chlorure de Cholestérol

IV.3.4. - Dépendance de la tension-seuil en fonction de la température

La température influe sur la tension-seuil qui représente la diffusion de la lumière transmise, par l'intermédiaire de la viscosité. Nos mesures sont limitées à une gamme de 20° à 40° centigrades. Les courbes expérimentales de cette dépendance ont été présentées sur la figure IV.15.

Ce résultat nous permet de déduire que la variation de la tension de seuil en fonction de la température peut être exponentielle :

$$V_s \sim exp(\theta^\circ)$$

(figure IV.21) qui montre la trace de points de mesures à l'échelle semi-logarithmique. La variation est parfaitement linéaire pour les fréquences d'excitation définies par : $f \lesssim f_c$, par ailleurs pour des fréquences supérieures à la fréquence critique f_c, nous constatons que les points de mesures, pris pour des températures au-dessous d'une certaine valeur : 27° par exemple, commencent à s'éloigner légèrement de la linéarité.

La même figure précédente montre également que pour une certaine fréquence : f = 100 HZ par exemple, la variation de seuil en fonction de la température ne dépend que faiblement du pas.

CHAPITRE V

-/-

EFFET MEMOIRE

-/-/-

V. - EFFET MEMOIRE

V.1. - Introduction

C'est G. Heilemier (7) qui le premier a observé l'effet mémoire dans un mélange cholestérique-nématique. L'explication qu'il a donnée de ce phénomène est l'apparition, à partir d'un mélange homogène, d'un état d'émulsion entre les deux constituants du mélange sous l'effet du champ électrique et du mouvement des ions.

Ce principe a été écarté par Rondelez et al (51) qui ont suggéré que cet effet est dû au basculement de la structure cholestérique planaire dans un régime de forte excitation en utilisant un champ magnétique ou un champ électrique à basse fréquence. Haas et al (29) ont donné une explication différente ; partant également de la structure planaire, ils supposent que lorsqu'on applique un certain champ on observe la transformation de la structure planaire en structure à coniques-focales.

Une autre observation a été faite par L. Melamed et al (59) confirmant l'existence d'un effet d'hystérésis en utilisant un mélange de plusieurs phases purement cholestériques, ils ont indiqué également une méthode d'effacement thermique utilisant la transition structure à mémoire → liquide (isotrope) par échauffement, puis retour à l'état initial par refroidissement.

Finalement les Japonais (60) ont effectué une réalisation pratique d'un dispositif matriciel de 120 x 120 éléments dont la résolution est 2 points par millimètre. La durée des impulsions de commande est comprise entre 100 et 200 m.sec.

A l'heure actuelle, cet effet n'a été l'objet ni d'autres études ou d'autres explications sur son mécanisme, ni d'autres applications pratiques.

Dans notre travail, nous avons poursuivi l'étude sur l'effet mémoire en utilisant également des mélanges cholestérique-nématique, mais avec une configuration différente ; il s'agit d'une structure cholestérique basculée sous l'effet d'un surfactant dont l'alignement moléculaire le long des parois est perpendiculaire à celles-ci. Après l'étude expérimentale présentée au chapitre précédent expliquant en détail les déformations, observées à l'échelle microscopique, de la configuration précédente, en présence ou en l'absence du champ, nous présentons ici une étude expérimentale déterminant les caractéristiques des paramètres fondamentaux de cet effet pensant qu'il pourrait être utile vis-à-vis de notre objectif en tenant compte que la diffusion de la lumière persistait longtemps après l'excitation. Nos mesures seront présentées par des courbes expérimentales dont les résultats seront également expliqués et interprétés dans la discussion à la fin de ce chapitre.

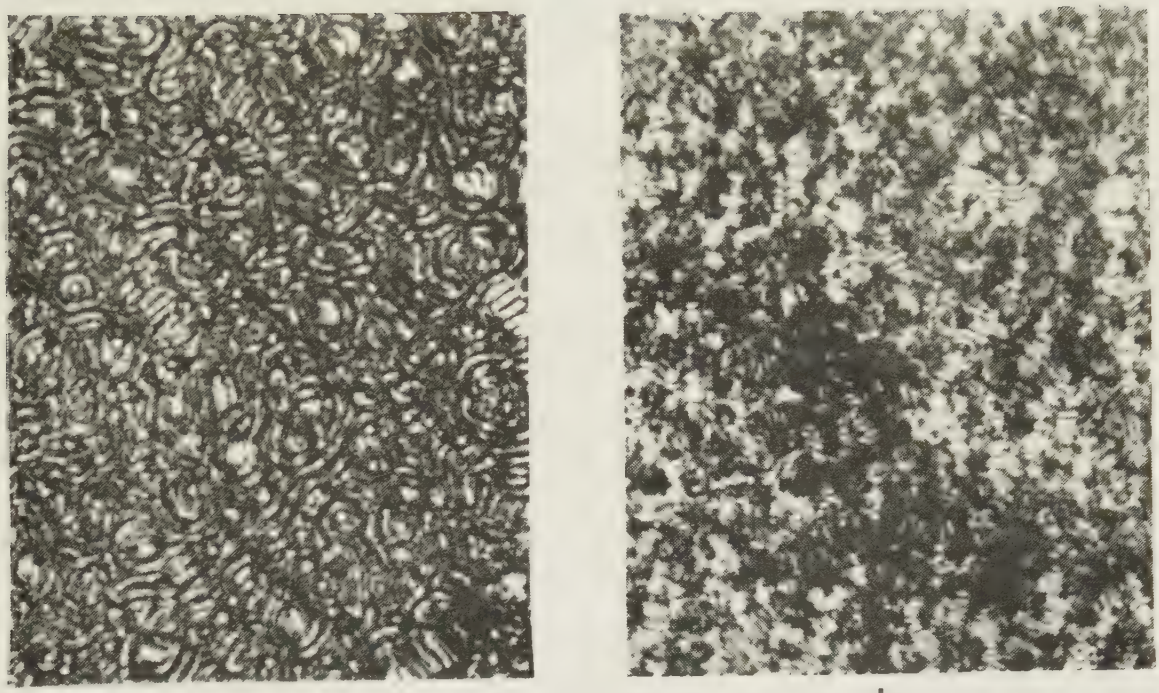
V.2. - Résultats expérimentaux

Nos mesures expérimentales sur l'effet mémoire ont porté sur deux types différents des cellules à cristal liquide ; l'un est une cellule simple dont la surface est de l'ordre de 2 cm2, l'autre est une cellule formant un petit écran matriciel en général à 4 x 4 éléments. Le cristal liquide employé est un mélange de cholestérique et de nématique dont nous avons fait varier la composition et les proportions ; la configuration de la structure initiale est définie dans l'introduction et l'anisotropie diélectrique est négative $\varepsilon_a < 0$.

- Lorsqu'on applique, sur la première cellule, un champ électrique à basse fréquence $f < f_c$ perpendiculairement aux parois, on observe après une forte excitation que le cristal liquide déformé ne revient pas immédiatement à son état initial, mais reste diffusant pendant un temps plus ou moins long ; le retour à l'état initial peut se faire suivant les cas en quelques secondes, quelques minutes, quelques heures ou parfois être inobservable même après plusieurs semaines.
Au cours des premiers essais généraux, nous avons d'abord observé de quelle façon les différents paramètres agissaient sur ce phénomène. Nous avons ensuite déterminé de façon précise les conditions dans lesquelles se produit cet effet, notamment les tensions d'excitations, le temps de réponse et la concentration en cholestérique...

L'effacement, c'est-à-dire le retour rapide à un état non diffusant, peut être obtenu par l'application d'un champ électrique à haute fréquence ; la cellule retourne à l'état initial relativement rapidement : en une à deux secondes.

- Dans la deuxième partie de nos travaux, nous avons cherché à nous rapprocher davantage des conditions utilisables dans un écran matriciel. Nous avons limité la gamme des compositions à celles qui présentaient les caractéristiques les plus intéressantes, c'est-à-dire des concentrations en cholestérique de 1 à 50 %. En plus, des cellules du type précédent ont été utilisé, pour étudier les problèmes liés au multiplexage et aux impulsions parasites.
La fréquence du champ électrique alternatif utilisée était variable dans une gamme de 1 HZ à quelques kilohertz, et la valeur du champ utilisé pour l'excitation de la cellule jusqu'au seuil était variable dans une gamme de 1 à 30 volts, tandis que l'excitation impulsionnaire pour aboutir à l'état de diffusion à mémoire était variable de quelques volts à 150 volts.
L'épaisseur allait initialement de 6 à 25 microns, mais nous l'avons fixée ensuite aux environs de 6 microns afin de réduire les temps de réponse et les tensions.
Nos mesures donc présentées par la suite sont effectuées sur des éléments matriciels seulement.



a b

Fig. V.1 : Photos prises au microscope montrant la structure de diffusion statique, c'est-à-dire la déformation stable obtenue après la suppression du champ électrique, à partir de la diffusion dynamique. Cette structure est à l'origine de l'effet mémoire.

a - mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (5 %) dont le pas p = 4,5 µm.

b - mélange de MBBA + EBBA + carbonate de CH. et d'oléol (10 %) dont le p = 2,7 µm.

Grossissement G = 400 X, Epaisseur d = 6 µm, Température ambiante.

V.2.1. - Le comportement du mélange cholestérique-nématique sous l'effet d'un champ électrique

Nous avons déjà signalé au chapitre précédent que le passage vers la phase de diffusion dynamique prend deux chemins différents, selon la valeur de la fréquence d'excitation. Nous avons constaté que l'on peut obtenir aussi bien à basse fréquence $f < f_c$ qu'à haute fréquence $f > f_c$ non seulement l'effet de diffusion dynamique, mais également l'effet dit "mémoire optique".

- Considérons d'abord l'excitation à basse fréquence. Lorsqu'on applique la tension lentement, la structure initiale (cf. fig. IV.1.a) demeure jusqu'à une certaine valeur de tension pour laquelle, la déformation commence à se manifester par un mouvement qui est en général circulaire (cf. fig. IV.5.m). Pour une tension un peu plus élevée, la déformation prend une configuration plus ou moins stable formant une structure "spiralée" (cf. fig. IV.4 et 5) résultant de l'association par paires de dislocations de rotation de signes opposés (cf. fig. IV.5). Cette structure a été décrite dans la littérature (61, 62), mais ici, on signale que l'existence des spirales dans les deux sens indique que les couches de cholestériques sont basculées en deux directions ; vers le haut et vers le bas dans la cellule (63). Un groupe donc de spirales de même sens sont situées auprès de la surface supérieure, et un autre auprès de la surface inférieure.

Les lignes brillantes spiralées constituant cette structure sont équidistantes ; la distance entre deux lignes successives est égale au demi-pas "P/2". La tension produisant ce type de déformation, est désignée sous le nom de "tension-seuil" optique. A l'échelle macroscopique, cette déformation est d'apparence translucide. Si l'on coupe la tension appliquée, la structure retourne de cette configuration spiralée à l'état initial en un temps variable suivant la concentration en cholestérique dans les mélanges examinés ; ce temps dépend en fait du rapport entre l'épaisseur et le pas d/p.

Le retour à l'état initial après la suppression de la tension dépend uniquement du couple élastique imposé sur les molécules et de l'alignement le long des parois, dont l'effet devient de plus en plus faible lorsque le rapport d/p augmente. Pour $d/p \leq 1$ le temps de retour est relativement rapide; de l'ordre de quelques secondes.

Pour $d/p > 1$, le temps de retour est lent et varie d'une centaine de secondes à quelques minutes.

En général le temps le plus long est observé pour un rapport d/p compris entre 1 et 3. En fait il y a d'autres paramètres qui influent sur ce temps en particulier le temps d'excitation. Au seuil donc les mélanges cholestériques-nématiques présentent seulement un certain retard dans le retour à l'état initial. Par conséquent la structure spiralée obtenue au seuil n'est pas à l'origine de l'effet mémoire proprement dit, mais seulement d'un effet de rémanence plus ou moins longue.

Lorsqu'on fait croître la tension au delà du seuil, nous observons l'augmentation du mouvement hydrodynamique qui conduit la structure spiralée à se diviser et se rediviser de la manière cellulaire. L'opération de division commence à partir des centres des spirales. Le nombre de divisions augmente en fonction de la tension. Cette opération aboutit finalement à la destruction totale de la structure spiralée ; l'apparence microscopique de la déformation est turbulente ; cet état est engendré par l'effet de l'instabilité électrohydrodynamique dû au déplacement des charges d'espaces.

Si l'on coupe maintenant la tension appliquée, la configuration du cristal liquide ne retourne ni à la structure spiralée ni à la structure initiale mais se fige dans un état d'apparence désordonnée diffusant à l'échelle macroscopique. Nous désignons cet état stable par le terme de "diffusion-statique" (cf. fig. V.1). Cette déformation diffuse la lumière transmise, et ceci permet d'observer à l'oeil nu un aspect blanc laiteux.

Le niveau de diffusion de cet état est un peu plus faible que dans l'état de diffusion dynamique en présence du champ.

La diffusion statique peut se maintenir très longtemps des heures, des jours, voire des semaines ou des mois. Nous pouvons donc dire que nous avons obtenu dans ce cas l'effet de mémoire optique. Nous désignerons désormais cet état de diffusion statique par les initiales D.S. En fait le niveau de D.S. dépend de plusieurs paramètres : la tension appliquée, la durée d'excitation, la fréquence d'excitation, la température et la concentration en cholestérique. Nous signalons finalement que la D.S. peut être effacée par l'application d'un champ électrique haute fréquence ; cet effacement sera étudié plus loin.

V.2.2. - L'évolution de la structure cholestérique basculé initiale jusqu'à l'obtention de l'effet mémoire en fonction de la fréquence

Nous avons remarqué que l'effet mémoire apparait exclusivement dans la région de la diffusion dynamique. Pour atteindre cette région, les phénomènes observés varient en fonction de la fréquence d'excitation comme le montre la figure (IV.13). On peut distinguer 3 domaines différents :

- à basse fréquence où $f < f_c$.
- dans la gamme de fréquences $f_c < f < f_o$.
- à haute fréquence où $f > f_o$.

Pour le premier cas, il n'y a qu'une seule transition à observer :

Cholestérique basculé $\xrightarrow{V_s}$ Diffusion dynamique.

Partant de la structure initiale, et en augmentant peu à peu la tension nous observons l'évolution microscopique de la structure initiale suivant les étapes présentées dans la figure (V.2).

- a, présente la forme de la structure initiale d'un mélange "cholestérique-nématique" dont le pas est de l'ordre de 4,4 μm. Le cholestérique est le Nomanoate de cholestérol.

- b et c, représentent le mouvement hydrodynamique qui précède l'état statique du seuil.

- d, représente la structure spiralée qui définit la tension-seuil optique.

- e et f, représentent les étapes successives de l'opération de division de la structure spiralée à partir de centres des spirales.

- g, représente l'apparence de l'état de diffusion dynamique.

- h et i, représentent différentes formes de turbulences dans la phase de diffusion dynamique.

- j, observation au cours du retour lent vers l'état initial (rémanence longue) après la suppression du champ à partir de l'état g.

- k, représente la structure de diffusion-statique (mémoire) après la suppression du champ à partir de l'état i.

La fréquence d'excitation est de l'ordre de 100 HZ, et la température ambiante : θ = 21° C.

Dans le deuxième cas, où la fréquence est supérieure à f_c, le processus est différent mais le résultat est le même. En appliquant progressivement la tension, en partant de la structure initiale, nous observons deux transitions successives pour passer à l'effet mémoire :

Cholestérique basculé $\xrightarrow{E_p}$ structure planaire $\xrightarrow{E_c}$ diffusion dynamique on observe la première transition lorsque la tension atteint une valeur critique Ep. Cette transition est due aux effets diélectriques provoquant le basculement des axes des molécules qui deviennent parallèles aux parois et reprennent la structure cholestérique hélicoïdale d'axe normal aux parois. La deuxième transition est due à l'instabilité électrohydrodynamique lorsque la tension atteint une "valeur-seuil" E_c. Les deux transitions sont illustrées dans la figure (IV.13) pour $f > f_c$.

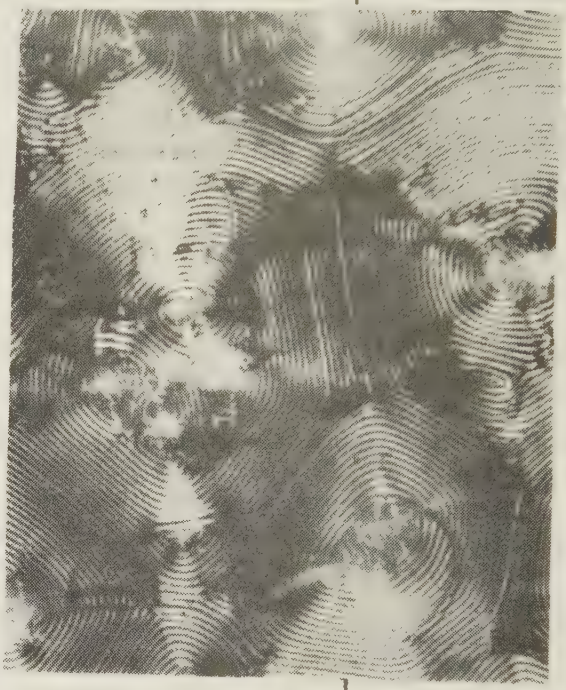
Partant de la structure initiale, et lorsqu'on applique la tension lentement, nous observons l'évolution microscopique de celle-ci suivant les étapes successives présentées dans la figure (V.3). On peut distinguer deux cas, selon que la fréquence est comprise entre f_c et f_o ou au contraire supérieure à f_o.

a

b

c

d



e

f

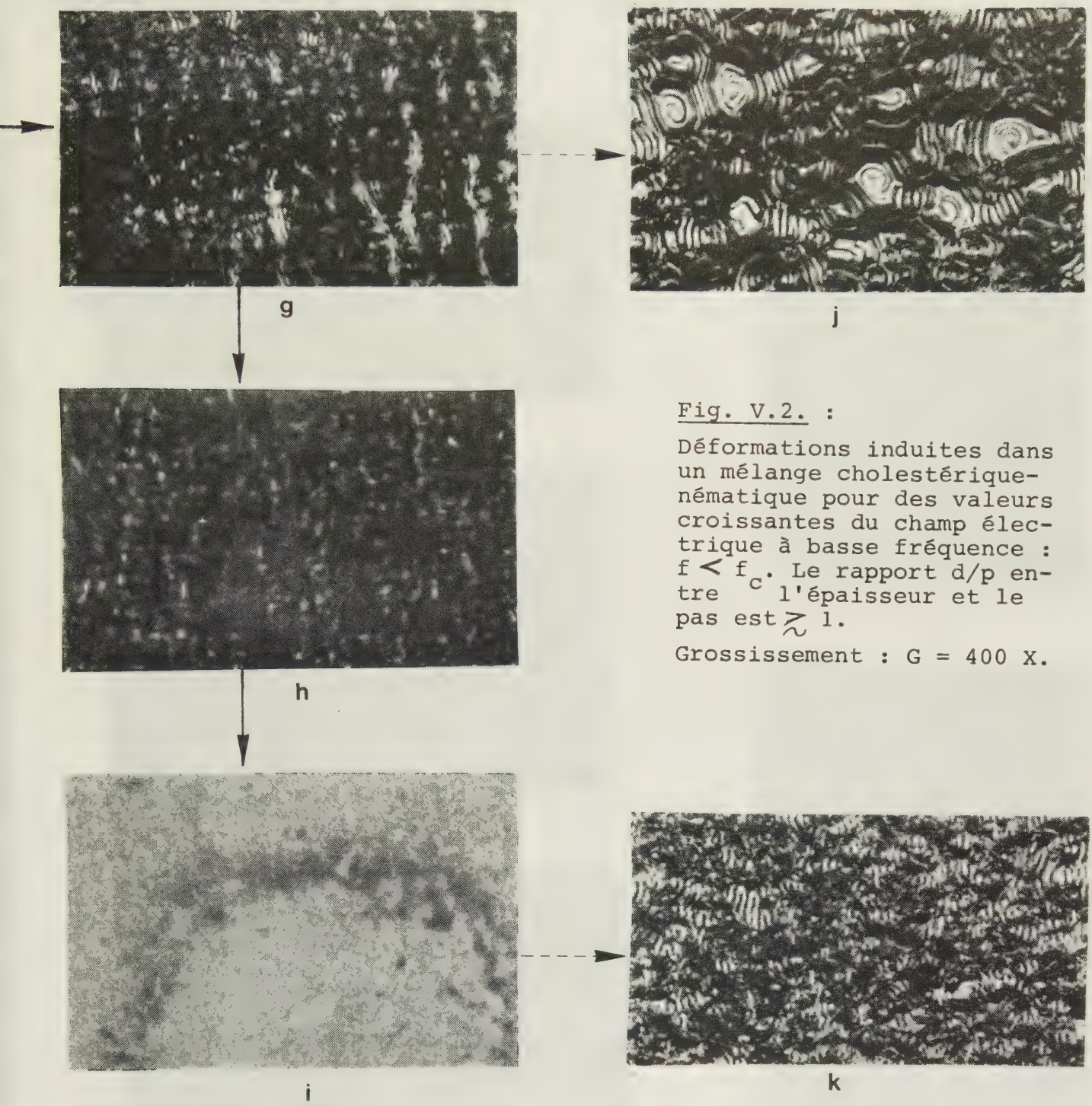


Fig. V.2. :

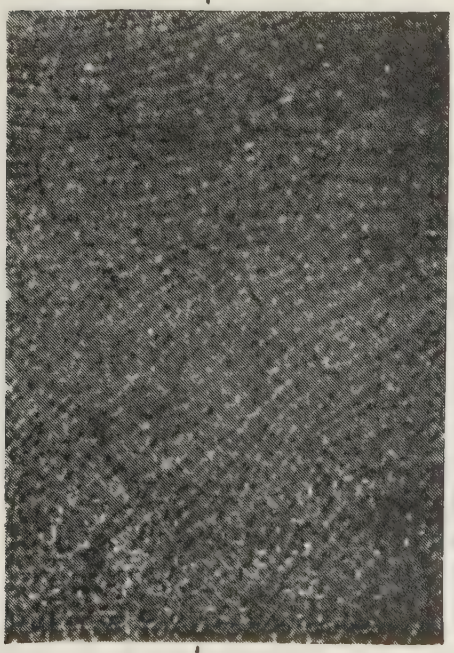
Déformations induites dans un mélange cholestérique-nématique pour des valeurs croissantes du champ électrique à basse fréquence : $f < f_c$. Le rapport d/p entre l'épaisseur et le pas est $\gtrsim 1$.

Grossissement : G = 400 X.

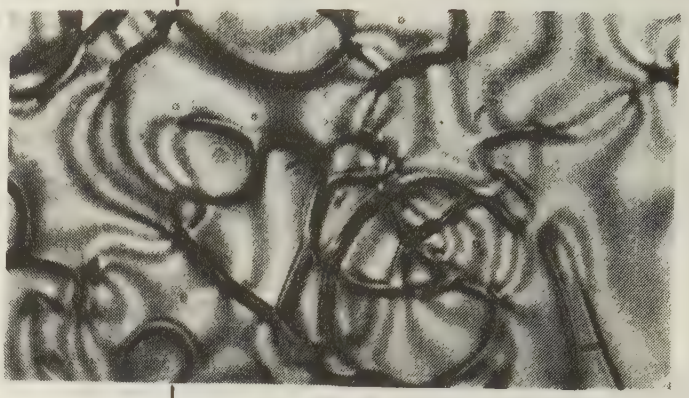
a. La structure initiale en l'absence de champ.
b. et c. Les mouvements qui précèdent le seuil.
d. La structure spiralée au seuil optique.
e. et f. La division des spirales au-delà du seuil.

g. L'apparition de la phase de diffusion dynamique.
h. et i. Différentes formes de turbulence dans la phase de diffusion dynamique.
j. Observation au cours du retour lent vers l'état initial (rémanence longue) après la suprresion du champ à partir de l'état g.
k. La structure de diffusion statique (mémoire) après la suppression du champ à partir de l'état i.

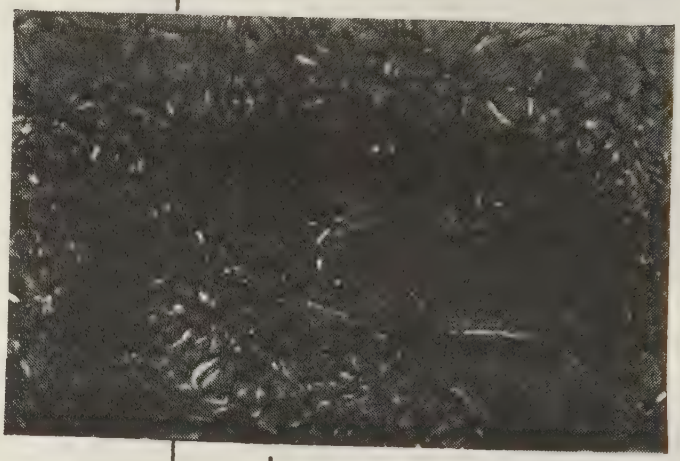
f



g



c



d

e

h

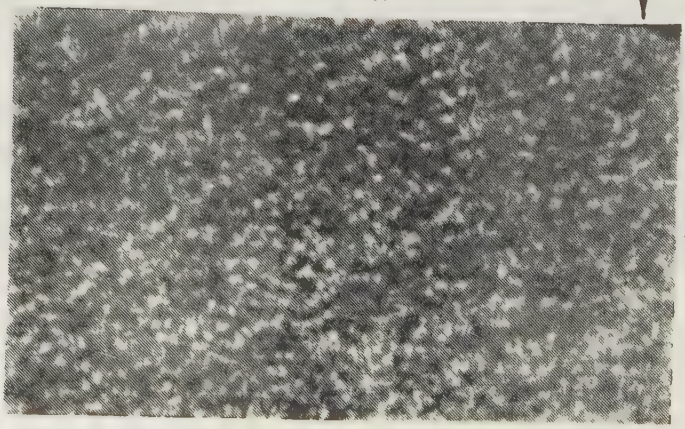


Fig. V.3 : Déformation induites dans un mélange cholestérique-nématique en appliquant un champ électrique croissant de fréquence supérieure à f_c.
a - la structure initiale
b - la structure planaire dont l'axe hélicoïdal est normal aux parois.

Au delà de b il y a deux cas. Pour $f_c < f < f_g$: c et d - la structure en fil. e - le commencement du mouvement hydrodynamique. Pour $f > f_g$: f - la structure hexagonale de période très faible. g - le commencement du mouvement hydrodynamique. h - présente l'état final dans les deux cas ; c'est la phase de diffusion dynamique.
A titre de comparaison, les structures obtenues avec un nématique pur, partant de la structure b (structure initiale), sont successivement α (au seuil-optique, la structure de chevrons), β (le commencement du mouvement hydrodynamique) et la structure finale h.

- premier cas : $f_c < f < f_o$

- a, représente la structure initiale d'un mélange "n. + ch." dont le pas est de l'ordre de 10 µm. Le cholestérique utilisé est le Nonanoate de Cholestérol.

- b, représente la structure planaire obtenue après la première transition.

- c, représente la structure en fils qui résulte au seuil de la deuxième transition ; les fils représentent le basculement local de l'axe hélicoïdal de la structure planaire précédente.

- d, les déformations en fils augmentent avec la tension.

- e, représente l'état turbulent correspondant à la phase de diffusion dynamique.

- deuxième cas : $f > f_o$

- f, représente un réseau hexagonale, dont le pas (la période) très faible, obtenu au seuil de deuxième transition.

- g, représente le commencement du mouvement hydrodynamique.

- h, représente l'état final dans les deux cas ; c'est la phase de diffusion dynamique

à titre de comparaison avec la phase nématique en partant de la structure b (état initial).

- α, représente la structure en chevrons (ou en plumes), obtenue au seuil-optique de la transition.

nématique homéotrope ⟶ structure en chevrons dans le régime diélectrique dont la fréquence $f > f_o$.

- β, représente l'intervention du mouvement hydrodynamique.

la phase de diffusion dynamique.

- h, représente l'état turbulent de la phase de diffusion dynamique, quel que soit le chemin poursuivi en fonction de la tension.

Lorsqu'on coupe la tension appliquée à partir d'une structure quelconque de la figure (V.3) jusqu'à la structure numéro β, le retour à l'état initial se fait directement et librement pendant un temps à peu près constant de l'ordre de quelques secondes. C'est l'alignement des molécules le long des parois qui, par l'intermédiaire des forces élastiques, oblige les molécules à reprendre leurs orientations initiales.

Par contre si l'on coupe la tension appliquée en partant de la structure h ou au delà, la déformation se fige en un état stable ; c'est la diffusion statique.

En nous appuyant sur ces expériences, nous pouvons définir les conditions qui permettent d'obtenir l'effet mémoire :

a - L'utilisation d'un cristal liquide constitué d'un mélange cholestérique et nématique dont l'anisotropie diélectrique est négative.

b - Les concentrations en cholestérique permettent d'obtenir des pas qui font avec l'épaisseur de l'échantillon des rapports compris : $1 \leqslant d/p \leqslant 3$.

c - L'utilisation d'un champ électrique à basse fréquence $f < f_c$.

d - La destruction de la structure des spirales obtenue au seuil par l'application d'un champ au delà du seuil $V \gg V_s$, c'est-à-dire qu'il faut bien pénétrer dans la phase de diffusion dynamique. Cette dernière condition montre que la structur des spirales n'est pas suffisante pour créer cet effet. Par conséquent, il est difficile d'obtenir cet effet à partir d'un champ magnétique.

Nous terminons ce paragraphe en signalant que l'effet mémoire - diffusion statique - et le temps de retour de cette diffusion vers l'état initial, dépendent de plusieurs paramètres : la concentration en cholestérique, le champ électrique appliqué, le temps d'excitation, la fréquence d'excitation, et la température.

V.2.3. - Dépendance de la concentration en cholestérique

Nous avons remarqué que la concentration en cholestérique influe considérablement sur le niveau de la diffusion statique et sur le temps de retour vers l'état initial après la suppression de la tension appliquée. Ceci nous a conduit à faire varier le taux de mélange dans une large gamme comprise entre 1 et 50 % : la raison pour laquelle nous nous sommes limités à 50 % c'est que la structure du mélange, au delà, s'approche beaucoup de celle des cholestériques pur, et il en résulte que des tensions d'excitations nécessaires deviennent très élevées pour un effet mémoire faible. D'autre part le pas du mélange devient très faible et sa mesure est difficile. Nous avons utilisé différents cholestériques dans nos mélanges, pour obtenir des pas compris entre 1 et 30 µm.

Afin de ne faire varier qu'un paramètre à la fois, nous avons fini l'épaisseur à 6 µm ; le choix de cette faible épaisseur sera justifié au chapitre suivant :

Nos mesures expérimentales sont présentées sous la forme de courbes donnant la variation du niveau de la diffusion statique (D.S) en fonction de la concentration des cholestériques (en poids), pour différents corps cholestériques. Ceci est illustré dans la figure (V.4).

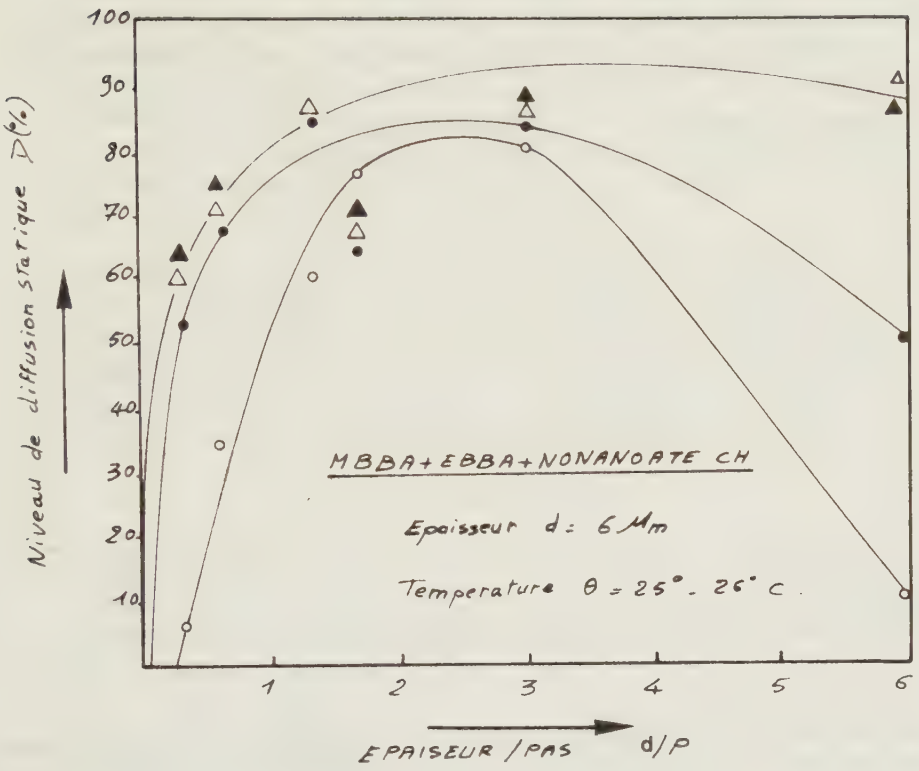


Fig. (V.4) : Courbes expérimentales donnant la variation du niveau de diffusion statique en fonction du rapport d/p où **d** est l'épaisseur de la cellule et p le pas du mélange.

Les points expérimentaux sont donnés pour différentes tensions

V = 25 (0) - 40 (●) - 50 (▵) - 60 (▲) volts

Fréquence f = 100 Hz

Temps d'excitation t_a = 100 ms

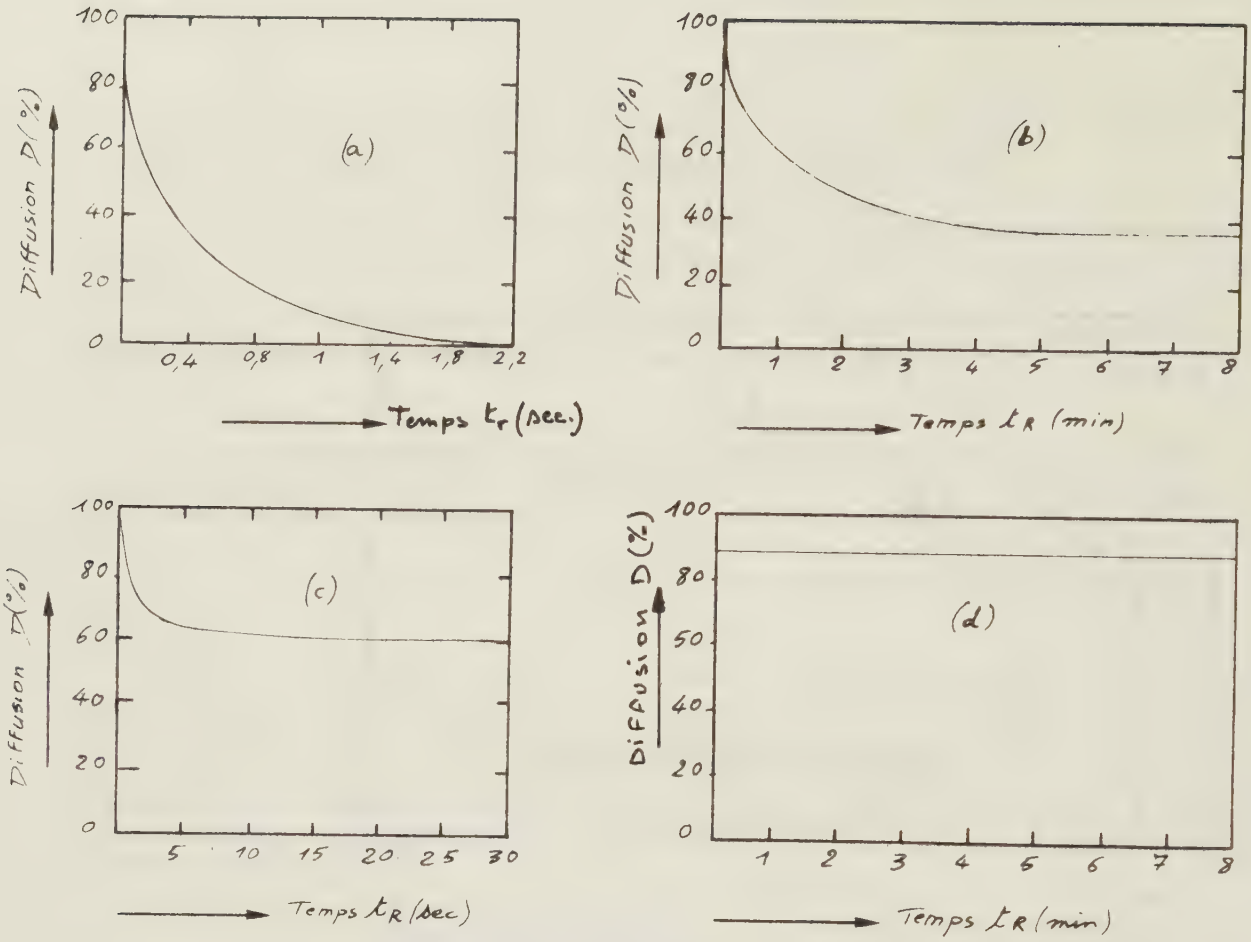


Fig. (V.5) : Courbes expérimentales donnant la variation du niveau de la diffusion statique en fonction du temps après la suppression du champ appliqué.

a - retour complet à l'état initial avec décroissance sensiblement exponentielle.

b - descente lente vers un niveau D.S. Faible.

c - descente assez rapide vers un niveau de D.S. plus élevé.

d - niveau de diffusion statique égal à celui de la diffusion dynamique.

Le cristal liquide utilisé est un mélange de nématique et de chlorure de cholestérol. L'épaisseur est de l'ordre de 6 µm.

t_a = le temps d'excitation = 100 ms.

D.S. : **diffusion - statique .**

Au point de départ, à la concentration nulle, la structure est nématique et le niveau de D.S. est nul : on sait que la phase nématique ne présente pas l'effet mémoire. Ensuite la courbe monte rapidement en fonction de la concentration C ; pour C = 2 %, ce niveau atteint déjà une valeur de 60 %. Pour C > 3 % le niveau de D.S. augmente lentement et passe par un maximum pour des concentrations comprises entre 4 et 10 %. Les niveaux de D.S. dans cette gamme de concentration sont légèrement différentes selon le cholestérique utilisé. Par exemple avec le Nonanoate de cholestérol nous avons obtenu un niveau de 80 % pour une concentration de 5 %. Pour des concentrations au delà de 10 %, le niveau D.S. diminue très lentement dans tout le domaine étudié (jusqu'à la concentration 50 %).

Nous avons remarqué donc qu'il y a une gamme plus ou moins précise, dans laquelle l'effet mémoire apparaît facilement, nous pouvons donc caractériser cet effet de façon beaucoup plus significative en tenant compte de l'épaisseur de cristal liquide utilisé ; le rapport d/p entre l'épaisseur d et le pas du mélange p peut être, selon le résultat précédent, compris entre ~ 1 et ~ 3. Il est important de donner finalement la gamme :

$$1 \leq d/p \leq 3$$

En ce qui concerne le temps de relaxation de la déformation vers la structure initiale, après avoir supprimé la tension appliquée, il est pratiquement variable, selon le taux du mélange cholestérique-nématique, et la tension appliquée. Il est donc difficile de donner un aspect général à ce temps, nous pouvons cependant donner quelques aspects que nous avons observés comme le montre la figure (V.5). A l'aide de cette figure nous observons quatre aspects différents : en a le retour à l'état initial est complet avec décroissance sensiblement exponentielle, en b la descente est lente vers un niveau de diffusion statique faible, en c la descente est d'abord assez rapide vers un niveau de diffusion statique plus élevé, ensuite elle descend très lentement, enfin en d le niveau de diffusion statique se fige sur le même niveau de diffusion dynamique.

Nous avons observé parallèlement la variation du pas des mélanges en fonction de la concentration uniquement dans la gamme où l'effet mémoire peut apparaître. La variation est présentée dans la figure V.6, pour différents corps de cholestérique. La courbe montre que le pas est inversement proportionnel à la concentration ; la variation est linéaire jusqu'à la concentration en cholestérique de 10 %. Ce résultat est confirmé par Nakagiri [21], qui avait étudié ce problème pour toutes les concentrations en cholestérique, en montrant que cette variation devient non linéaire pour des concentrations au total de 20 %.

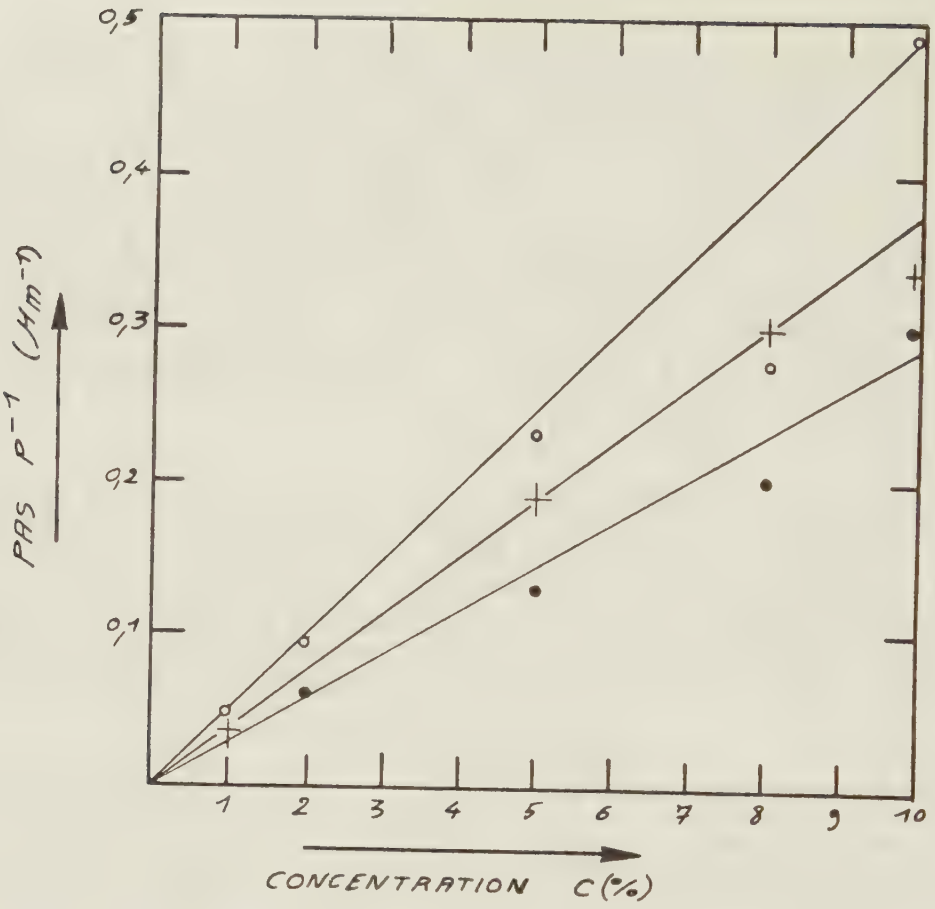


Fig. (V.6) : Variation du pas en fonction de la concentration en cholestérique.

o — — — — NONANOATE DE CHOLESTEROL

● — — — — CARBONATE DE CHOLESTEROL ET D'OLEOL

\+ — — — — CHLORURE DE CHOLESTEROL

V.2.4. - Dépendance de la tension

Nous avons signalé auparavant que l'effet mémoire ne peut apparaître qu'à partir d'une certaine valeur de la tension qui nécessairement dépasse la valeur du seuil : $V > V_s$, ce qui permet de pénétrer dans la zone de la diffusion dynamique. Au seuil nous observons une certaine rémanence c'est-à-dire que la cellule retourne plus ou moins lentement à l'état initial. Au delà du seuil l'effet mémoire dépend de la tension appliquée ; plus la tension est élevée plus la rémanence est longue. Pour une certaine tension, on commence à observer l'apparition du premier niveau de diffusion statique qui augmente en fonction de la tension. Ce résultat est illustré dans la figure V.7.

Les courbes expérimentales données dans (V.7.a) montrent que, pour une fréquence de 100 HZ et un temps d'excitation t_a = 10 ms, le temps de rémanence augmente jusqu'à la tension 70 volts, au delà, la diffusion statique apparaît pour une tension de 80 volts, ensuite, le temps de retour commence à diminuer tandis que le niveau de (D.S) monte entièrement.

Toutefois, le niveau de diffusion statique arrive finalement à se saturer pour des tensions élevées. Par exemple, dans la figure (V.8), nous remarquons que le niveau de (D.S) augmente rapidement au départ, puis il se ralentit jusqu'à la tension de 50 volts, ensuite le niveau reste le même en fonction de la tension jusqu'à la valeur de 100 volts.

Nous pouvons également donner la variation du niveau de diffusion statique directement en fonction de la tension appliquée, nos mesures sont présentées dans la figure V.9 sous une forme de courbes traçant cette variation pour un pas donné puis pour différents pas ; le pas est varié de 2 à $\sim$ 20 μm. L'aspect général de la variation est non linéaire nous y observons des bosses successives. Au départ, il n'y a pas de diffusion statique jusqu'à une certaine tension pour laquelle elle commence à apparaître et au delà de laquelle son niveau augmente relativement rapidement avec la tension, puis elle augmente lentement pour atteindre une variation presque constante qui montre l'état de la saturation du niveau de diffusion statique ; au mo!ns jusqu'à la limite de notre observation.

Il est important de signaler que l'obtention d'un certain niveau de diffusion statique, lorsque le rapport d/p entre l'épaisseur et le pas est supérieur à 3, nécessite une tension d'excitation élevée.

Nous avons obtenu des niveaux de diffusion statique de l'ordre de 80 % pour des tensions modestes de l'ordre de 30 à 60 volts. A l'échelle microscopique, les niveaux de D.S. correspondent aux niveaux de destruction de la structure spiralée.

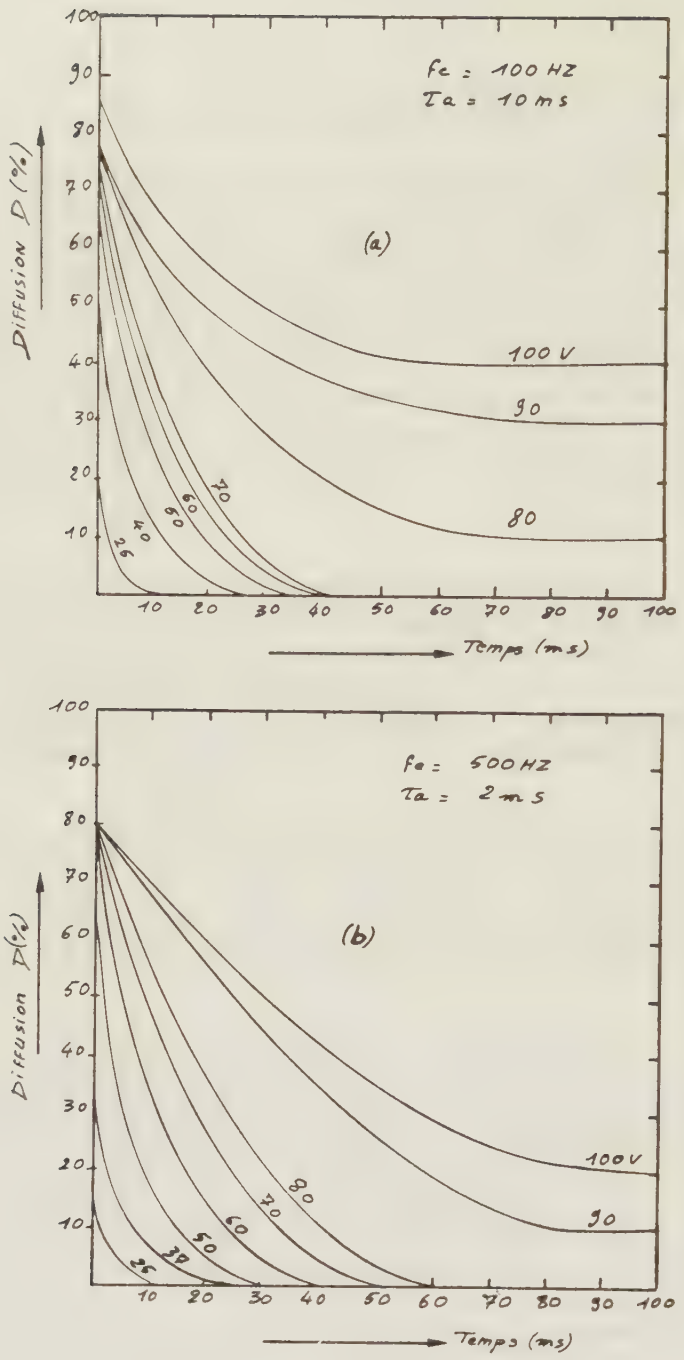


Fig. (V.7) : Variation de niveau de diffusion en fonction du temps après la suppression de la tension appliquée, pour différentes valeurs de tension et pour différents temps d'excitation.

Le cristal liquide utilisé est le mélange MBBA + BEPC + Laurate de CHo. (8 %).

D : niveau de diffusion de la cellule de (0 à 100) % ; 0 % correspond à l'état initial en l'absence du champ, et 100 % correspond à l'absence de lumière sur le PM.

ta : temps d'excitation. Epaisseur de la cellule d = 13 µm.

S : surface examiné = 4 mm2. θ = température = 20° C.

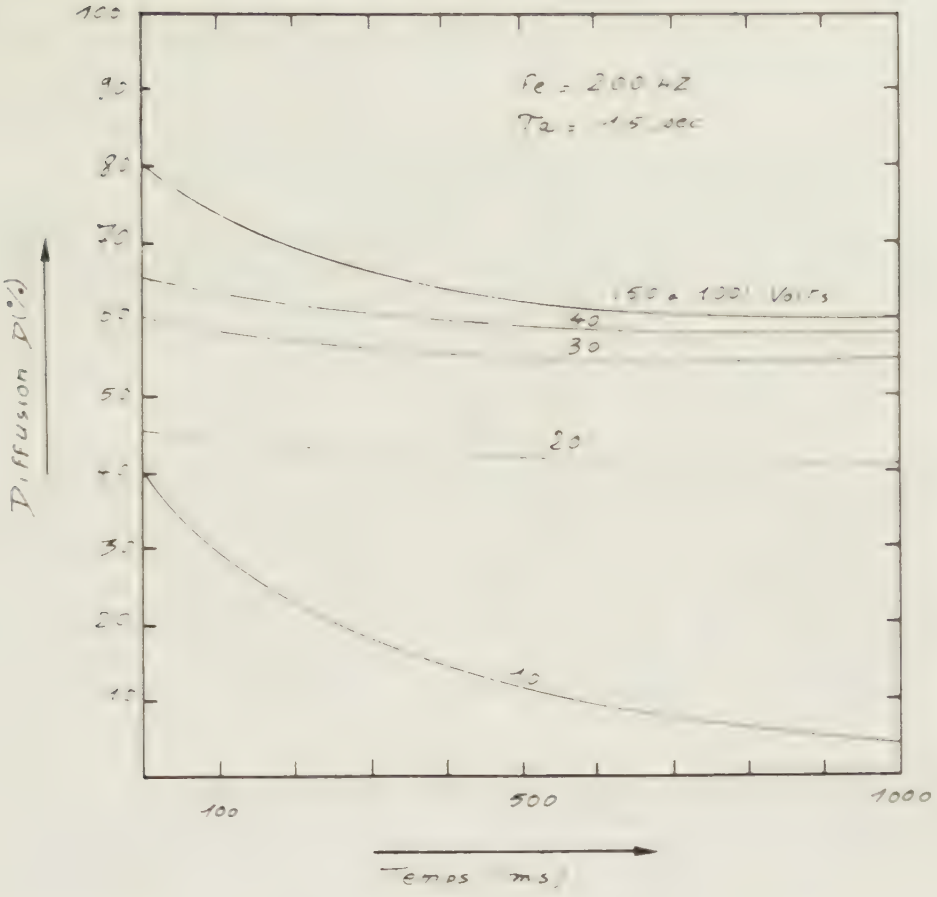


Fig. (V.8) : Variation de niveau de diffusion-statique en fonction de temps, pour différentes valeurs de tension. A partir de 50 volts on atteint la saturation du niveau de diffusion. Le cristal liquide utilisé est le mélange MN + carbonate de CH. et l'oléol (5 %).

MN : Mélange nématique (11880 EASTMAN)

D : 0 % correspond à l'état initial en absence du champ, 100 % correspond à l'absence de lumière sur le PM.

Ta : Le temps d'excitation.

Epaisseur d = 6 µm

Surface examinée = 4 mm2

Mesures effectuées à la température ambiante

La tension de seuil correspondant à une diffusion dynamique de 10 % est V_s = 4 V.

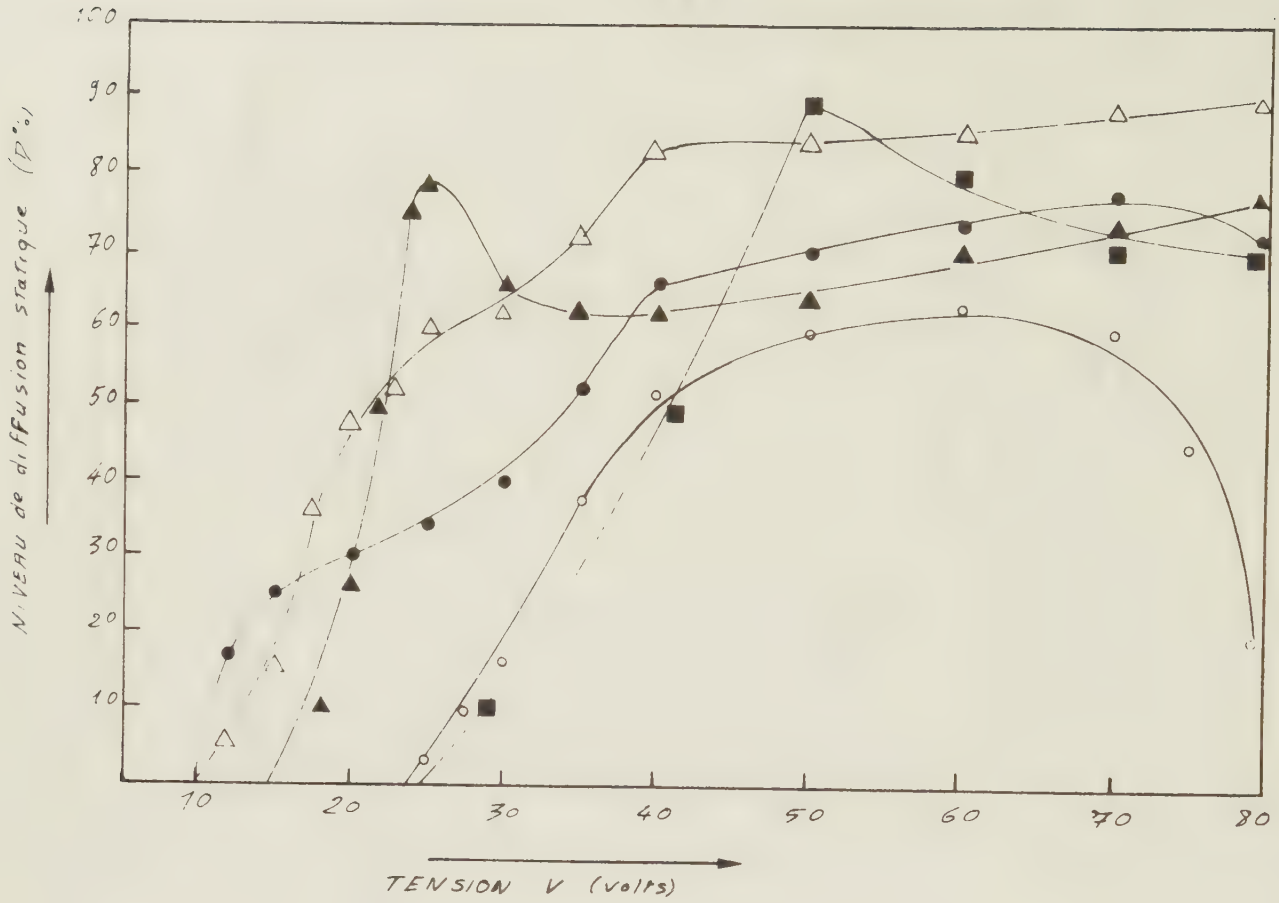


Fig. (V.9) : Courbes expérimentales donnant la variation du niveau de la diffusion statique en fonction de la tension pour différents pas :

P = 19,5 (0) - 10,5 (•) - 4,4 (△) - 3,7 (▲) - <2 (■) µm. Pour un mélange de : MBBA + EBBA + Nonanoate de CH. pour des concentrations en cholestérique respectivement : 1 (0) - 2 (•) - 5 (△) - 8 (▲) - > 10 (■) %.

Epaisseur d = 6 µm., Fréquence f = 100 HZ.,

Durée d'excitation ta = 100 ms. Température θ = 25° à 26° C.

Surface examinée S = 4 mm2.

V.2.5. - Influence du temps d'excitation

Les impulsions d'excitation sont appliquées pendant un certain temps ta. Afin d'éviter les phénomènes de polarisation, on utilise une tension alternative de moyenne nulle. Pendant la durée ta, on applique donc alternativement les tensions + V et - V, avec une période variable,au plus égale à ta.

Nos mesures expérimentales sont présentées sur la figure (V.10). Les courbes montrent nettement l'augmentation du niveau de diffusion en fonction de ta. On remarque, par exemple sur (V.10.a), que la diffusion est nulle pour un temps ta = 2 ms et pour le même mélange la diffusion atteint un niveau élevé lorsque ta = 10 ms (V.10.d), si on applique la même tension. Par contre on remarque dans (V.10.e) que la diffusion apparaît pour une faible tension : 10 volts lorsque le temps ta est long : ta = 1,5 sec.

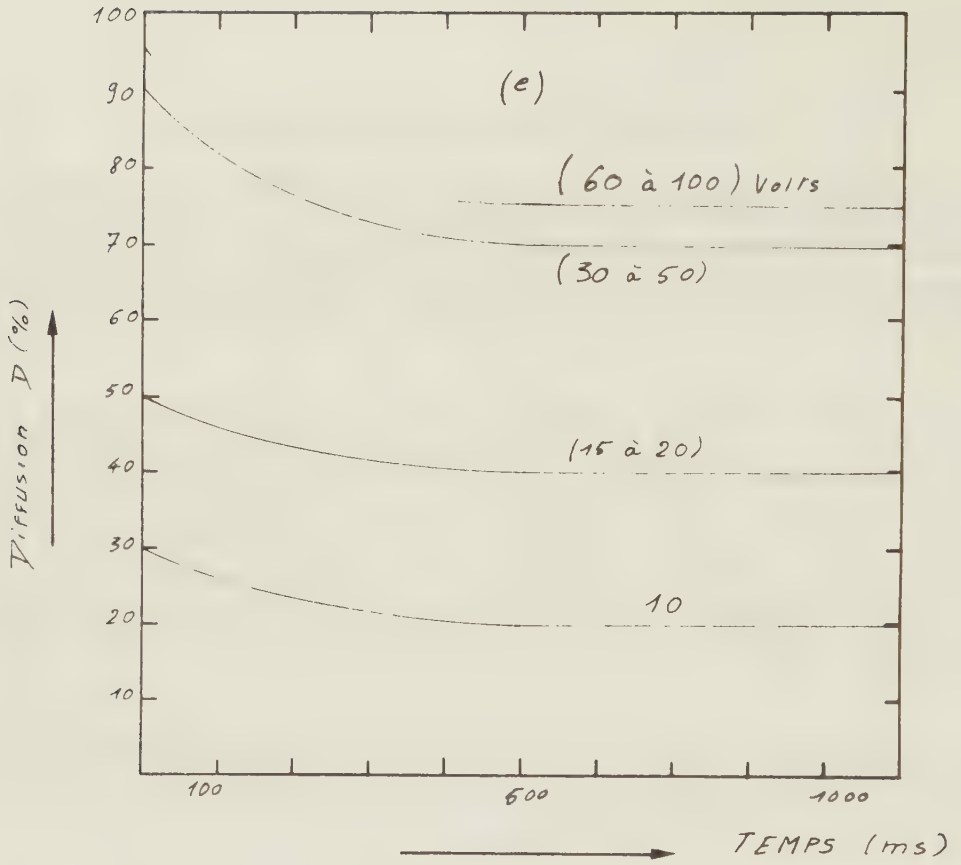
Cette dépendance en réalité est fortement liée au temps de réponse du cristal liquide : suivant que ta est inférieur ou supérieur au temps de montée Tm on observe différents niveaux de diffusion statique.

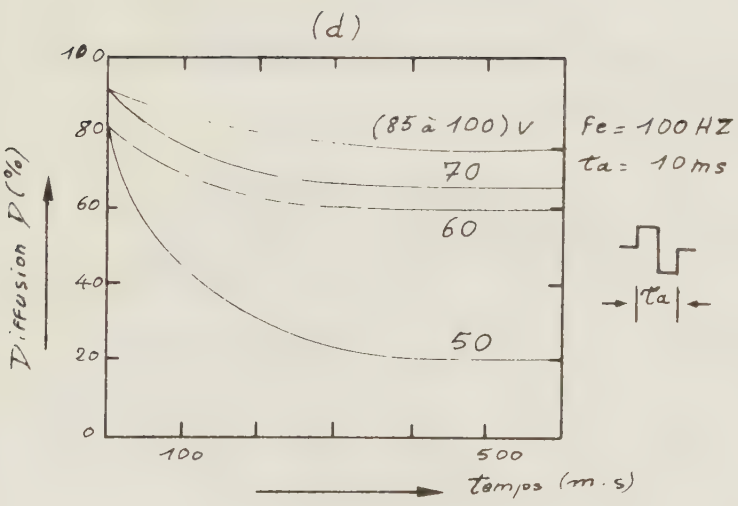
La diffusion statique en fonction du temps d'excitation ta est représentée sur la figure (V.11) qui montre que le niveau D.S augmente lentement pour atteindre finalement l'état de saturation lorsque ta atteint une certaine valeur.

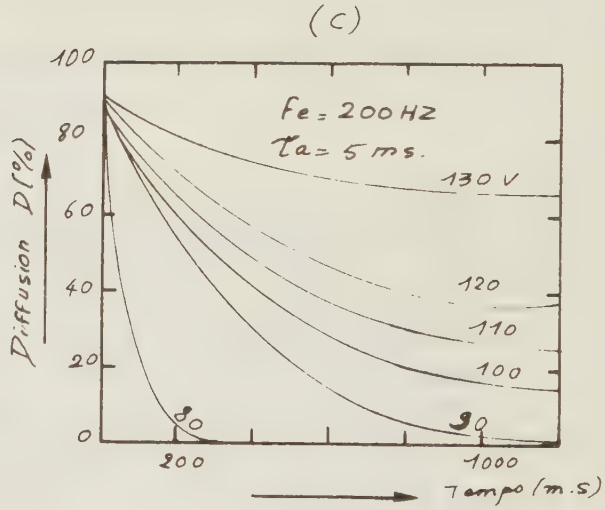
V.2.6. - Influence de la fréquence d'excitation

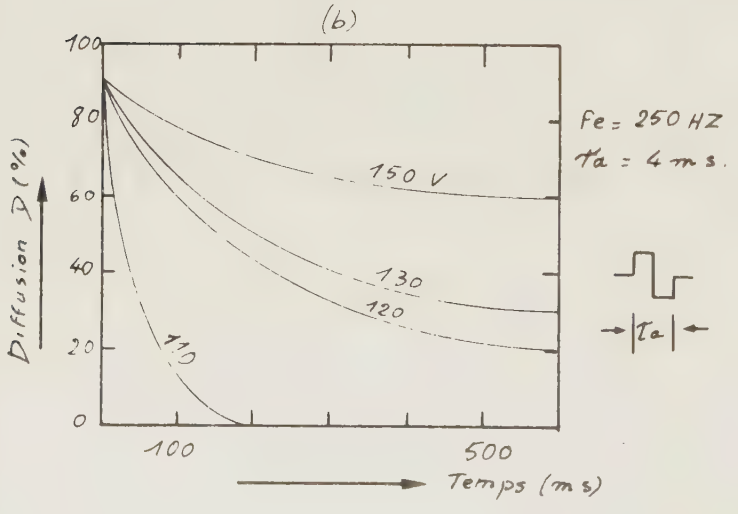
Nous avons vu au chapitre précédent que la tension de seuil de l'effet de diffusion dynamique croît en fonction de la fréquence, avec une variation brutale à la fréquence f_c de relaxation des charges. La structure de diffusion statique étant également créée à la suite de perturbations hydrodynamiques, on peut s'attendre à ce que la fréquence ait aussi une influence sur ce phénomène. C'est effectivement ce que nous avons observé. Lorsque la fréquence d'excitation augmente, il est nécessaire d'accroître la tension appliquée pour obtenir le même niveau de diffusion statique. Inversement, si la durée de l'impulsion et la tension sont maintenues constantes, le niveau de diffusion statique décroît lorsque la fréquence augmente.

La figure (V.12) montre cette dépendance dans la gamme de fréquences comprise entre 100 HZ et 1000 HZ. Pour une impulsion de 80 volts et un temps d'excitation ta = 10 ms, on observe que le niveau de diffusion statique varie de 50 % à 0 %.


(e)
(60 à 100) Volts
(30 à 50)
(15 à 20)
10
Diffusion D (%)
TEMPS (ms)
Fe = 100 HZ
ta = 1,5 sec.
|ta|


(d)
(85 à 100) V
70
60
50
Fe = 100 HZ
ta = 10 ms
|ta|
Diffusion D (%)
Temps (m.s)


(c)
Fe = 200 HZ
ta = 5 ms.
130 V
120
110
100
90
80
Diffusion D (%)
Temps (m.s)


(b)
150 V
130
120
110
Fe = 250 HZ
ta = 4 ms.
|ta|
Diffusion D (%)
Temps (m.s)

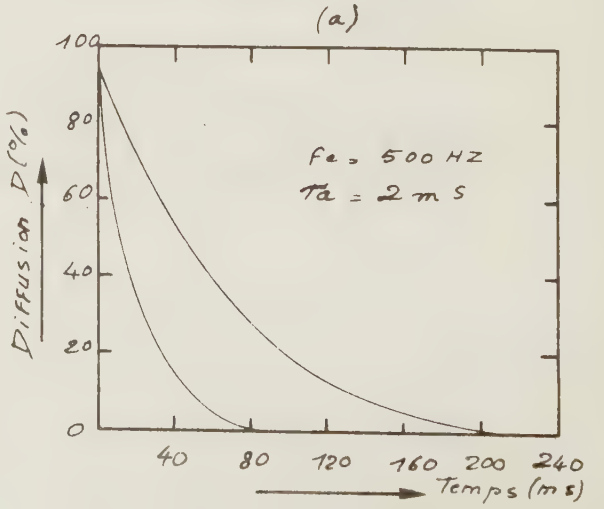

(a)
Fe = 500 HZ
ta = 2 m s
Diffusion D (%)
Temps (m.s)

Fig. V.10 : Variation de niveau de diffusion-statique en fonction du temps après la suppression de la tension pour différentes durées d'excitation, et pour différentes valeurs de tension.

Le cristal liquide utilisé est le mélange

MN + VL401R (5 %).

D = 0 % correspond à l'état initial en absence du champ ;

100 % correspond à l'absence de lumière sur le P.M.

Epaisseur d = 6 µm. t_a : Le temps d'excitation. La température ambiante. Surface examinée S = 4 mm2.

La tension de seuil V_s pour une diffusion 10 % est égale à 5 à 8 volts.

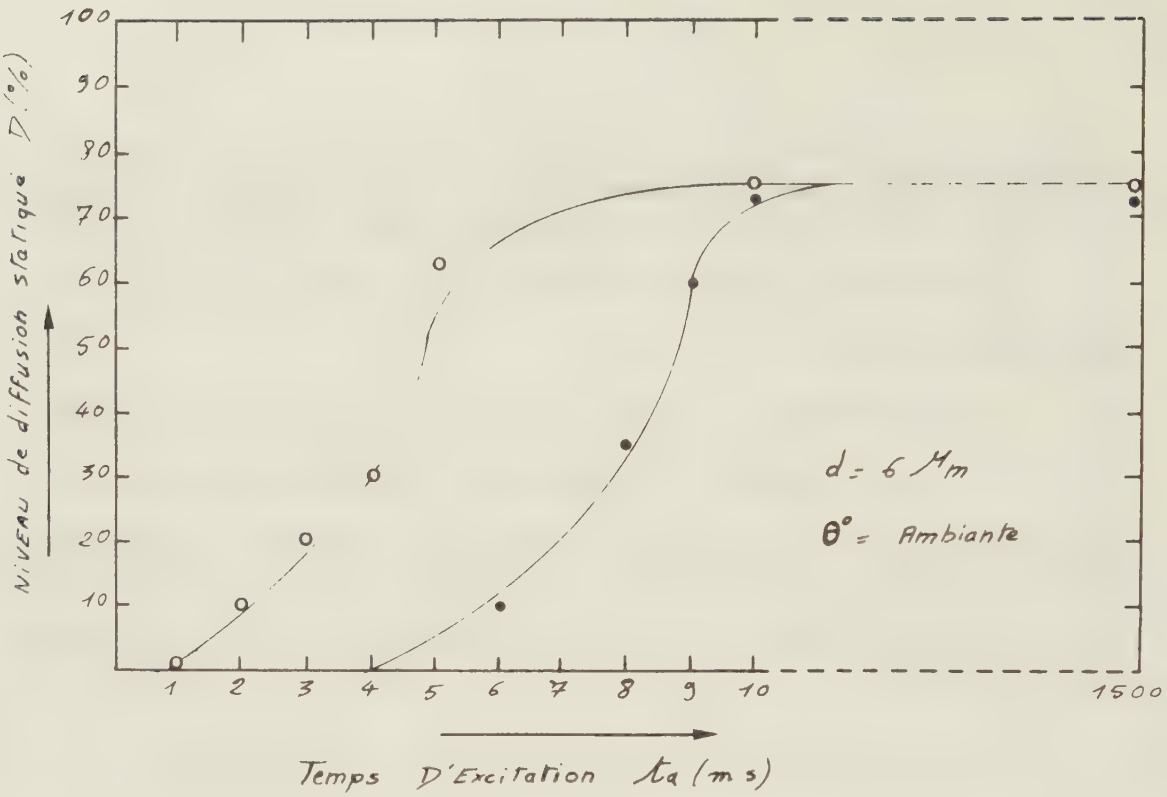


Fig. (V.11) : La variation du niveau de diffusion-statique en fonction du temps d'excitation pour différents mélanges :

o — — — — — — — MN + VL401R (5 %)

MN : Mélange nématique (11880 EASTMAN)

VL401R : Mélange cholestérique (VARI-LIGHT)

Tension appliquée V = 130 Volts

Fréquence f = 250 HZ

● — — — — — — MBBA + CARBONATE de CHOLESTEROL et d'OLEOL(8 %)

Tension appliquée V = 32 volts

Fréquence f = 250 Hz.

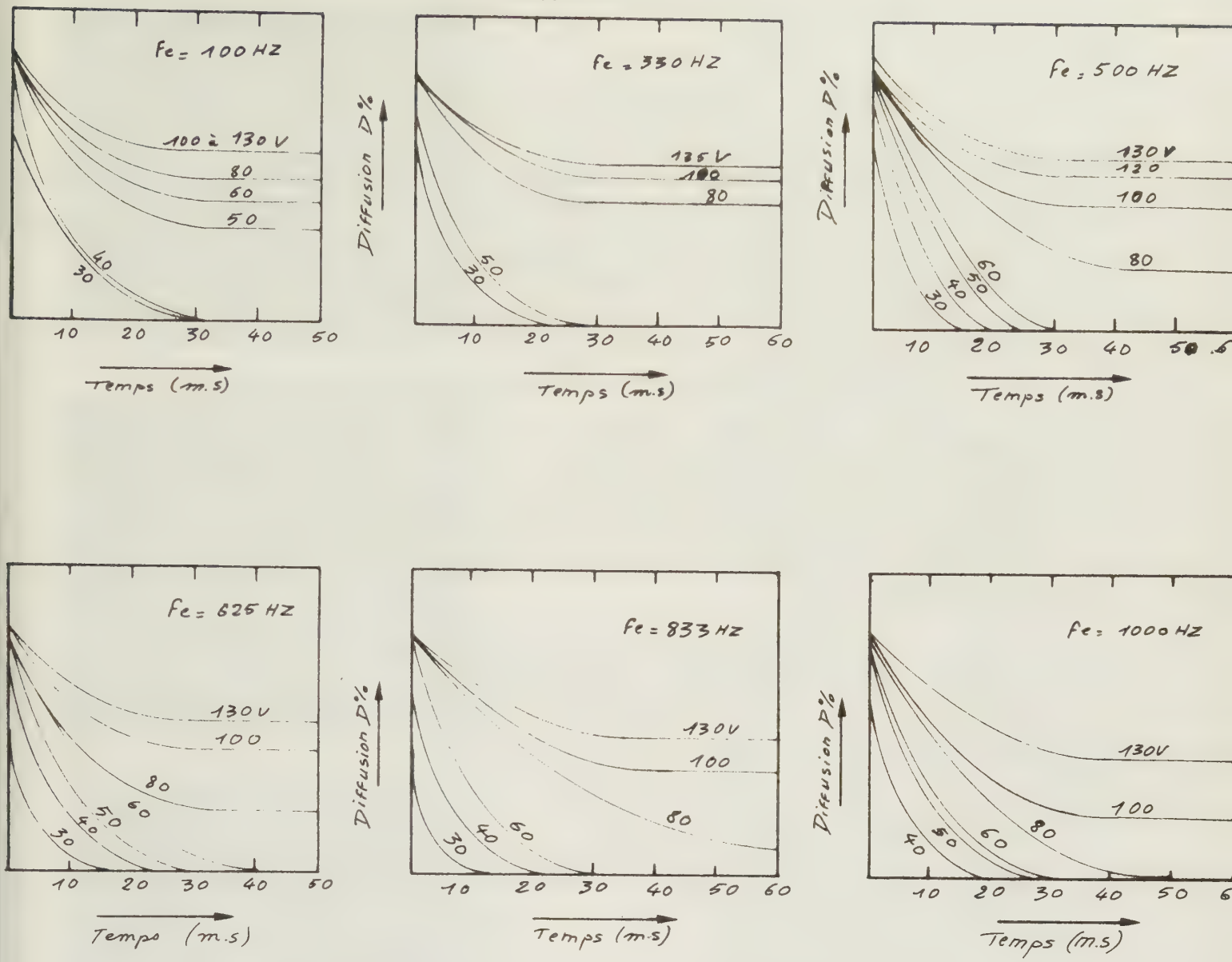


Fig. (V.12) : La variation du niveau de diffusion-statique en fonction de la fréquence du signal pour une durée d'excitation t_a donnée et pour différentes tensions.

Le cristal liquide utilisé est un mélange de :

MBBA + BEPC + mélange cholestérique industriel (VL401) R
(10%)

D : La diffusion de la cellule de 0 % à 100 % (0 % correspond à l'état initial en absence du champ, et 100 % correspond à l'absence de lumière sur le P.M.).

Temps d'excitation t_a = 10 ms

Epaisseur de cellule d = 6 µm

Surface étudié S = 4 mm2

Température θ = 22° C

V.2.7. - Influence de la température

La température n'influe pas directement sur la diffusion statique, car nous avons signalé au chapitre précédent que la θ° fait augmenter seulement la région de la phase de diffusion dynamique. Ce qui fait que la fréquence de fonctionnement augmente. On a fait varier la température de 19° C à 40° C : elle est toujours dans la gamme de mésomorphe, on a remarqué que la surface de diffusion dynamique avait doublé par rapport à celle de 19° C.

V.2.8. - Cumul des effets d'impulsions successives

Lorsqu'on applique une impulsion brève, le niveau de diffusion statique est plus faible que celui obtenu avec une impulsion longue de même tension ; si l'on applique une série d'impulsions brèves identiques, le niveau de diffusion statique s'accroît à chaque impulsion, par paliers successifs, et tend vers un niveau de saturation dépendant de la tension des impulsions.

La figure V.13 montre clairement l'effet du cumul, à l'aide des photos prises directement sur l'écran de l'oscilloscope à mémoire ; les photos montrent la croissance de diffusion-statique en fonction du nombre d'impulsions répétées ; par exemple, avec une tension de 80 volts et des impulsions de durée t_a = 4 ms, espacées de 4 secondes, on arrive à augmenter la diffusion par paliers du niveau de 18 % après la première impulsion à environ 80 % après la 8e où le niveau de diffusion sera saturé (cf. Fig. V.13.b). La même figure montre que le niveau maximum de diffusion, c'est-à-dire l'état de la saturation, s'atteint progressivement après un certain nombre d'impulsions.

Nous pouvons constater l'influence de l'effet d'accumulation sur les niveaux de diffusion-statique, si nous voyons les photos présentées dans la figure V.14, qui sont prises de l'écran de l'oscilloscope à mémoire. Sur chaque photo figurent deux courbes ; la courbe du haut correspond à une tension de commande V_2 suffisante, pour obtenir un effet mémoire de niveau de diffusion D_2 ; la courbe du bas correspond à une tension de commande V_1 plus faible conduisant à un niveau final de diffusion D_1 négligeable. Ces photos ont été prises au cours de mesures se rapportant aux applications envisagées ; c'est pourquoi le signal comporte entre les impulsions une tension V_o, de l'ordre de la tension du seuil de la diffusion dynamique, qui produit une légère diffusion D^*_o pendant son application, et on voit dans certains cas une modification du niveau de diffusion après sa suppression.

On constate donc l'intérêt de cet effet: il sert à produire deux niveaux de diffusion D_1 et D_2 dont la différence $D_2 - D_1$ doit être la plus grande possible ; on voit, très clairement sur chaque photo, que la différence $D_2 - D_1$, après la première impulsion, est très faible, ensuite elle augmente progressivement avec le nombre d'impulsions N. Compte tenu que le délai entre deux impulsions successives est toujours égal à 10^3 t_a (durée d'excitation).

(a)

Mélange de :
MBBA + EBBA + Nonanoate CH. (5 %)

Tension V = 60 volts.
Temps d'excitation t_a = 5 ms
Nombre de répétition N = 9
Diffusion maximum (saturation) D_2 = 35 % par rapport au niveau initial D_o.

(b)

Même mélange mais :

Tension V = 80 volts
t_a = 4 ms
N^a = 10
D_2 = 75 %

(c)

Mélange de :
MBBA + EBBA + Chlorure de CH. (2 %)

Tension V = 20 volts
Temps d'excitation t_a = 100 ms
N = 8
D_2 = 80

(d)

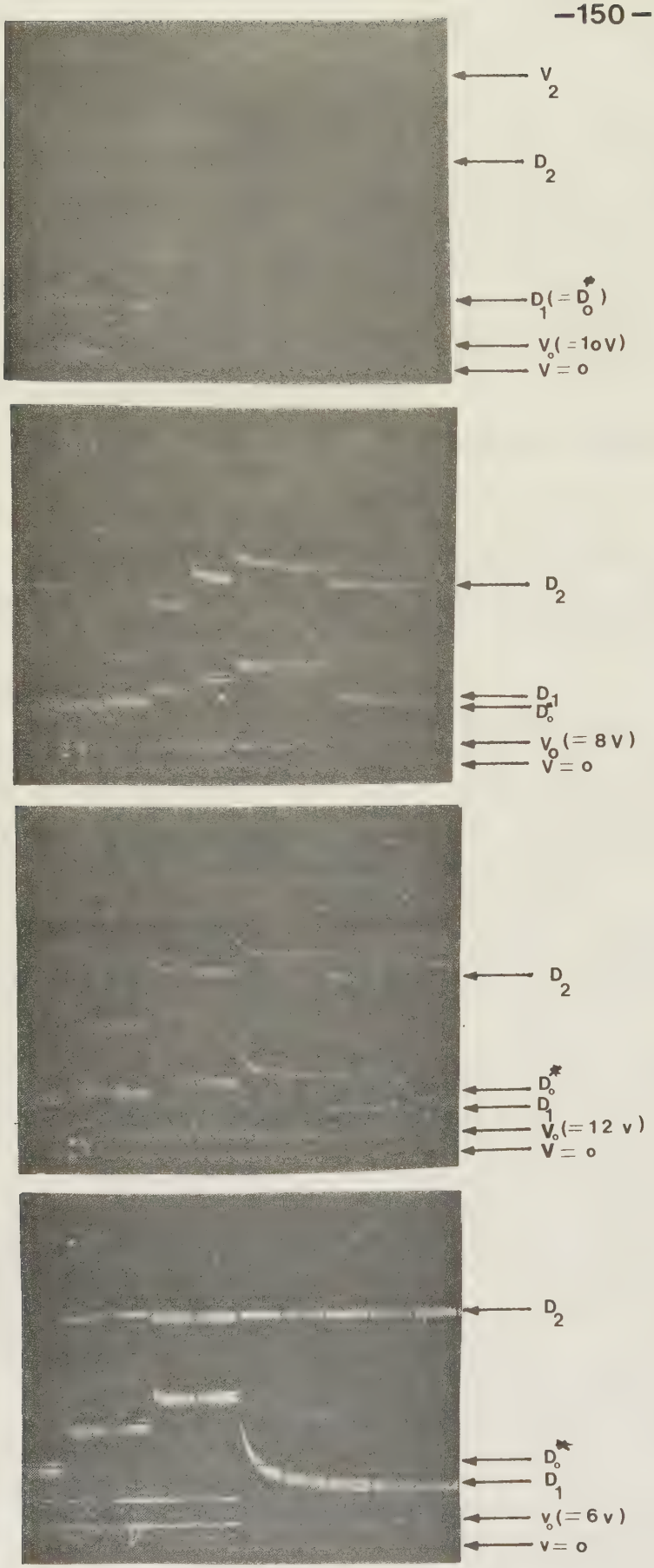
MBBA + EBBA + Chlorure de CH. (8 %)

V = 60 volts
t_a = 10 ms
N^a = 5

D_2 = 80 %

Fig. V.13 : Le canal des effets d'impulsions successives en diffusion-statique, pour différents mélanges, pour différentes tensions et pour différentes durées d'excitation.

Epaisseur d = 6 um
Température = 25° à 26° C
Surface étudiée S = 4 mm2.



(a)

Mélange de = MBBA + EBBA + mélange cholestérique (10 %) (VL 401R)
Tension V_2 = 134 volts
Diffusion-statique maximum D_2 = 72 %
Tension minimum V_1 = 110 volts
Diffusion minimum D_1 = 12 %
Temps d'excitation t_a = 2 ms
Nombre d'impulsions répétées N = 15
Température = 22° C

(b)

Mélange nématique + mélange cholestérique (8 %)
(11880) (VL 401R)
V_2 = 98 volts D_2 = 60 %
V_2^1 = 80 volts D_2^1 = 10 %
t_a^1 = 2 ms N^1 = 4
= 34° C

(c)

MBBA + EBBA + Erucate de cholestérol (9 %)
V_2 = 122 volts D_2 = 75 %
V_2^1 = 102 volts D_2^1 = 5 %
t_a^1 = 2 ms N^1 = 3
= 23,5° C

(d)

MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (5 %)
V_2 = 45 volts D_2 = 88 %
V_2^1 = 33 volts D_2^1 = 10 %
t_a^1 = 10 ms N^1 = 2
= 26° C

Fig. V.14 : Photos de l'écran de l'oscilloscope à mémoire montrant l'effet d'accumulation pour différents mélanges. Sur chaque photo figurent deux courbes : la courbe du haut correspond à une tension de commande V_2 suffisante pour obtenir un effet mémoire de niveau de diffusion D_2 ; la courbe du bas correspond à une tension de commande V_1 plus faible conduisant à un niveau final de diffusion D_1 négligeable. Ces photos ont été prises au cours de mesures se rapportant aux applications envisagées ; c'est pourquoi le signal comporte entre les impulsions une tension V_o, inférieur au seuil de la diffusion dynamique, qui produit une légère diffusion D_o^* pendant son application, et on voit dans certains cas une modification du niveau de diffusion après sa suppression. Le délai entre deux impulsions successives est toujours égale à 10^3 t_a (temps d'excitation).

V.2.9. - Effacement et retour à l'état initial

Partant de l'état de diffusion statique, il est possible de revenir à l'état initial par différents processus. Ce retour à l'état initial, ou effacement, est évidemment indispensable dans toute application pratique ; nous considérons ici l'effacement électrique, à la fois parce qu'il entre dans notre domaine d'étude des effets électrooptiques, et aussi parce qu'il est le plus commode à mettre en oeuvre pour les applications.

Nous avons vu précédemment qu'en raison de l'anisotropie diélectrique négative, un champ électrique de fréquence supérieure à f_c fait basculer les molécules dans un plan parallèle aux parois et permet ainsi, à partir d'un certain seuil de tension, d'obtenir la structure planaire. Ce phénomène, que nous avions observé à partir de l'état initial des cellules, peut également être obtenu en partant de l'état de diffusion statique. La tension de seuil est la même dans les deux cas, et la structure planaire obtenue est identique. Il en résulte donc qu'après la suppression du champ, le système revient comme précédemment à l'état initial.

Nous avons étudié également le temps d'effacement nécessaire pour que la cellule retourne complètement à l'état initial. La figure V.15 montre la variation de ce temps en fonction de la tension appliquée. Trois fréquences ont été utilisées : 2,5 KHZ, 5 KHZ et 10 KHZ, choisies de façon qu'elles soient largement au dessus de la fréquence f_c. Cependant nous pouvons aller jusqu'à 100 KHZ au moins car nous n'avons pas remarqué de modification du seuil avec la fréquence. Les courbes expérimentales obtenues montrent que la variation dutemps d'effacement en fonction de la tension présente le même aspect pour tous les mélanges examinés ; nous en présentons quelques unes.

Lorsqu'on augmente lentement la tension d'effacement depuis une valeur nulle, la structure déformée (diffusion statique) reste d'abord inchangée jusqu'à une certaine valeur (cf. Fig. V.16.a), au delà de cette tension, on observe l'apparition de taches claires distribuées de façon aléatoire ; cette déformation est représentée sous microscope sur la figure (V.16.b,c). Lorsqu'on fait croître la tension de quelques volts, ces taches claires s'étendent davantage mais il reste divers centres de diffusion liés entre eux par des lignes de déformation comme le montre la figure (V.16.c). Cette déformation demeure jusqu'à une certaine valeur de la tension constituant une zone (Z) qui dépend du pas de mélange examiné (cf. fig. V.15). Dans cette zone le niveau de diffusion statique diminue de moitié. Le temps d'effacement partiel correspondant à cette diminution est indiqué par les points expérimentaux 1 et 2.

Au delà de la limite de la zone précédente, le temps d'effacement diminue en fonction de la tension appliquée. Au départ, ce temps diminue rapidement puis plus lentement avec la tension. On observe que l'effacement peut être complet pour des tensions de l'ordre de 50 volts pour un temps d'effacement de l'ordre de 1 seconde ou parfois moins. La structure obtenue est parfaitement planaire (Fig. V.16.e). La coupure de la tension permet à la structure initiale de réapparaître (cf. Fig.V.16.f).

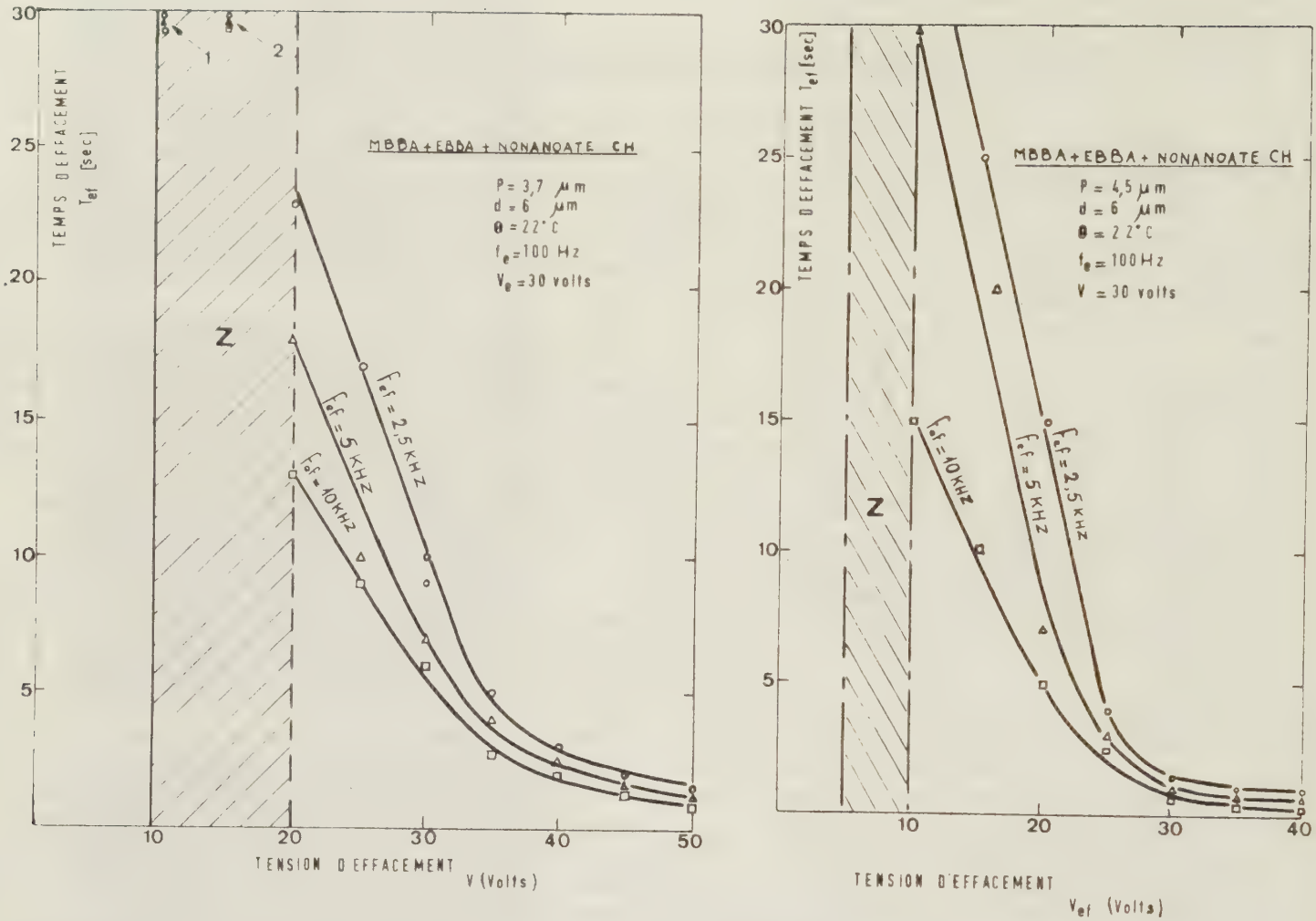


Fig. V.15 : La variation du temps d'effacement T_{ef} en fonction de la tension appliquée. Les courbes expérimentales sont données pour différentes fréquences d'effacement.

Le cristal liquide utilisé est un mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de CH. dont les pas sont dans le 1er cas P = 3,7 et dans le second P = 4,5 µm.

Au dessus d'une certaine tension (zone hachurée), l'effacement n'est pas total et il reste des centres de diffusion ; pour des tensions encore plus basses, au dessous du seuil de l'effet de champ, il n'y a aucun effet observable.

1 et 2 indiquent la moitié de niveau de diffusion statique.

Les mesures présentées sur la figure (V.15) montrent que le temps d'effacement diminue en fonction de la fréquence du champ électrique pour une tension fixe. Cette dépendance est forte pour de faibles tensions, mais elle devient très faible pour de tensions plus élevées où les temps d'effacement deviennent très voisins entre eux.

Pour une tension et une fréquence constantes, le temps d'effacement augmente avec le pas des mélanges.

V.3. - Comparaison entre les variations du niveau de diffusion statique en fonction de la tension pour la structure cholestérique basculée et la structure planaire

Nous désirons dans ce paragraphe donner une comparaison quantitative pour illustrer la différence entre l'effet mémoire, ou diffusion statique, obtenu à partir d'une structure cholestérique basculée (l'alignement homéotrope le long des parois) et l'effet mémoire obtenu à partir d'une structure planaire (l'alignement moléculaire parallèle aux parois) (51).

La figure V.17 montre la variation du niveau de diffusion en fonction de la tension appliquée, dans les deux cas précédents. Les conditions des mesures sont les mêmes ; l'épaisseur est toujours fixe et égale à 6 µm ; nous avons utilisé un mélange cholestérique-nématique dont le pas est variable de telle sorte que le rapport d/p entre l'épaisseur et le pas, se trouve dans la gamme $1 \leq d/p \leq 3$, ce choix est fait à partir du résultat obtenu au paragraphe V.2.3 ; nous avons utilisé également différents temps d'excitation : t_a = 10 ms ou 100 ms.

Nous observons donc, dans le cas de l'alignement homéotrope le long des parois, qu'il est possible d'obtenir une diffusion-statique représentant l'effet mémoire, à partir des tensions relativement basses, de 20 à 70 volts (cf. Fig. V.17.a) et des temps d'excitation assez courts, de 10 à 100 ms (la variation de diffusion en fonction de la tension a été discutée au paragraphe 2.4, fig. V.9). Par contre dans le cas de la structure planaire, on observe que la diffusion reste nulle pour la tension maximum appliquée, soit 100 volts pour les pas les plus faibles (fig. V.17.a) ; pour des pas plus grands (fig. V.17.b), la diffusion statique ne commence à apparaître que pour des tensions supérieures à 50 volts et des temps d'excitation de l'ordre de 100 ms ; même dans ce cas, le niveau de diffusion statique reste faible et très inférieur à celui des autres cellules. La structure planaire présente donc seulement un certain retard dans le retour à l'état initial après la suppression de la tension ; nous n'avons pas pu observer une diffusion-statique stable dans le temps.

La structure planaire, qui pouvait a priori paraître intéressante en raison de sa très grande transparence dans l'état initial (alors que notre structure présente une très légère diffusion) se révèle donc en pratique inutilisable pour notre application ; dans les cellules de faible épaisseur, nécessaires pour une réponse rapide, nous n'avons pas pu observer d'effet mémoire, seulement

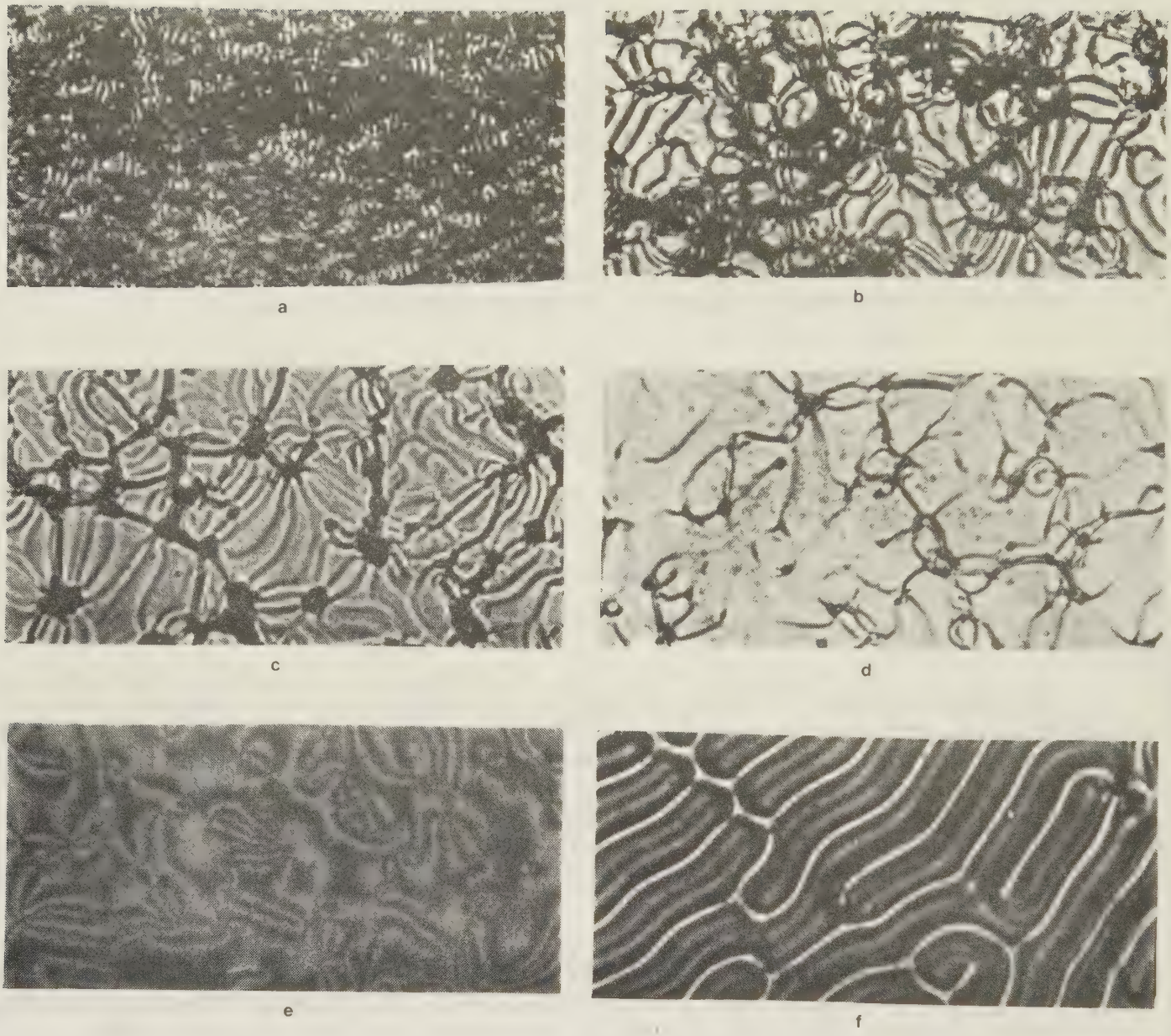
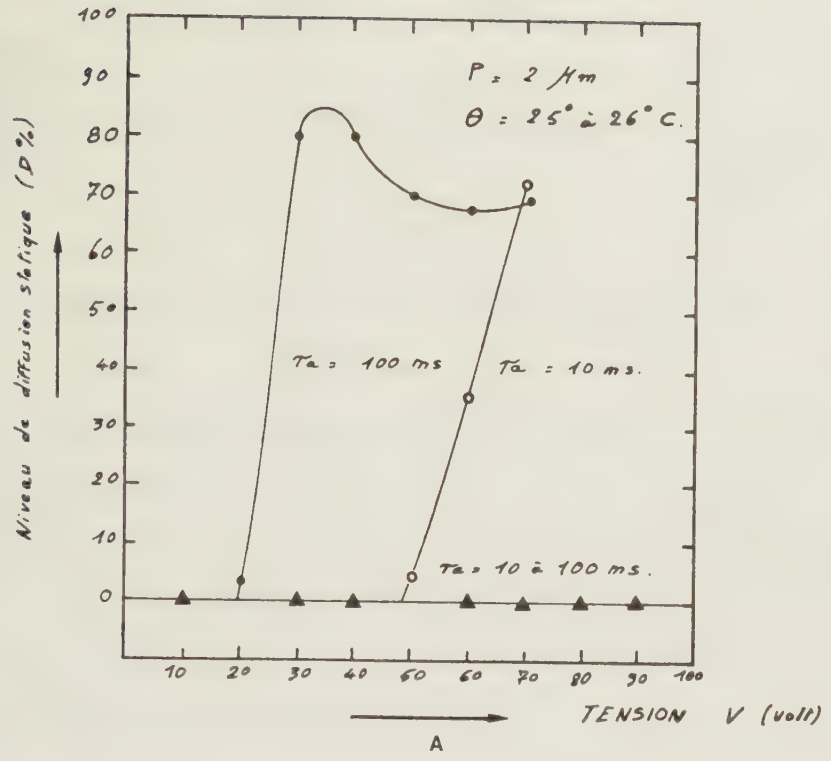


Fig. V.16 : Observation au microscope des étapes successives du processus d'effacement, en partant de la structure déformée (diffusion-statique).

a - la structure de diffusion statique. b - Apparition des premières taches claires.
c - l'apparition de centres diffusants reliés par des lignes brillantes.
d - extension des zones de structure planaire.
e - la structure planaire s'étend à toute la cellule. f - le retour à l'état de repos lorsqu'on coupe la tension.

Le cristal liquide utilisé est un mélange de : MBBA + EBBA + NONANOATE de CH. dont le pas p = 4,5 µm. L'épaisseur d = 6 µm. La fréquence d'effacement est de l'ordre de 5 KHZ. Température ambiante.



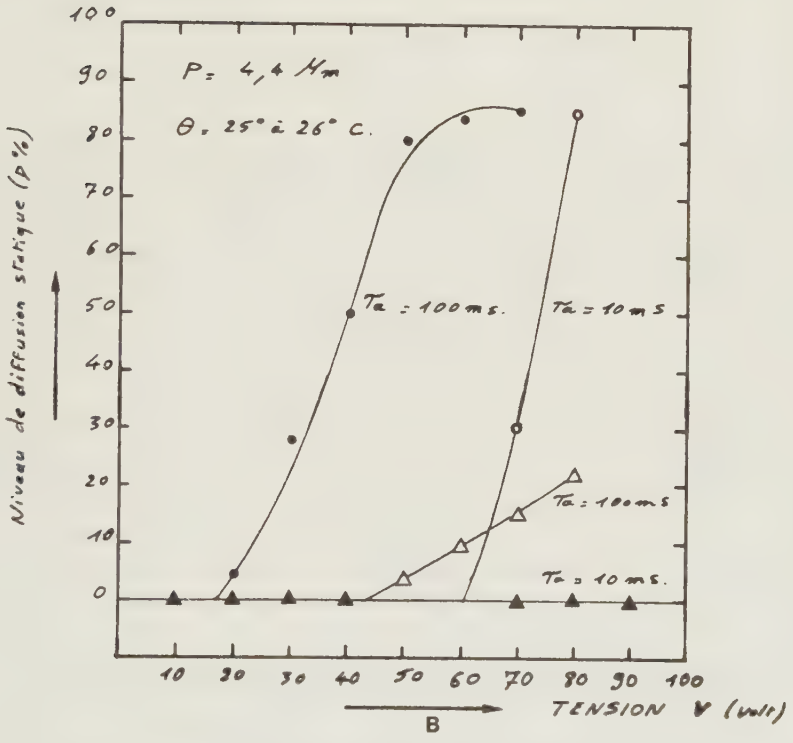


Fig. V.17 : Comparaison entre les structures à alignement homéotrope et planaire le long des parois.

● ET 0 alignement homéotrope . Epaisseur d = 6 µm.

▲ ET Δ alignement planaire . Surface examinée S = 1,5 x 1,5 cm.

Le mélange utilisé : MBBA + EBBA + NONANOATE CH.

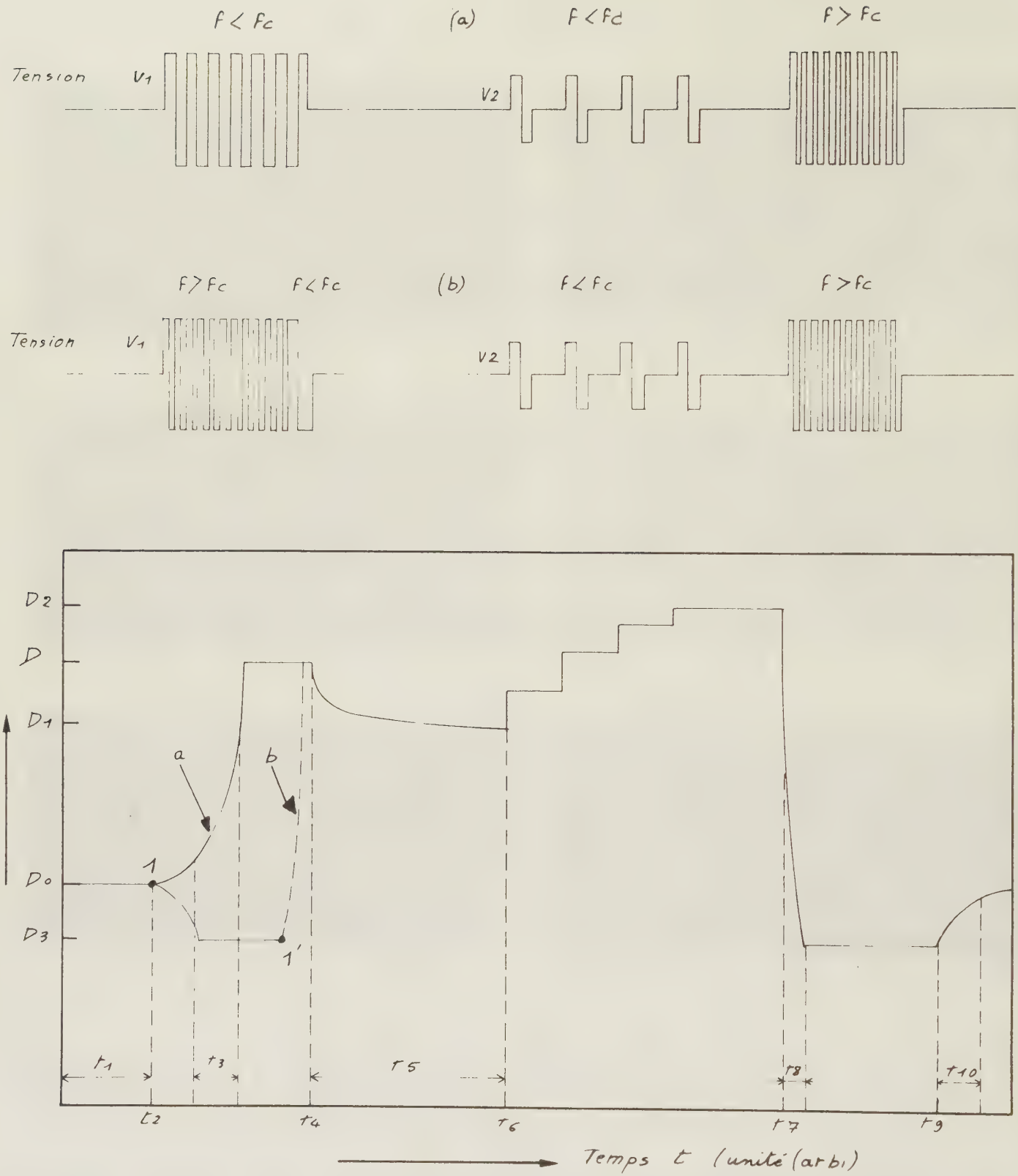


Fig. V.18 : Représentation du cycle de l'effet mémoire.

Le diagramme de la variation symbolique du niveau de diffusion-statique en fonction de la tension électrique à basse et à haute fréquence successivement $f < f_c$ et $f > f_c$.

une faible rémanence pour des tension et des durées d'adressage trop élevées.

V.4. - Diagramme représentant le processus de l'effet mémoire

Nous présentons ici un diagramme schématique montrant la variation du niveau de diffusion en fonction de latension et de la fréquence, en partant d'une structure homéotrope le long des parois. Le diagramme montre deux cycles d'inscription suivie d'effacement, l'un utilisant pour l'inscription une fréquence basse, l'autre une fréquence élevée. Nous montrons les étapes de la diffusion (excitation), la diffusion statique, le cumul des effets d'impulsions répétées, qui accroissent la diffusion par paliers successifs, et l'effet d'effacement qui permet le retour à l'état initial.

Cycle a

-/-

On part du niveau de diffusion D_o, pris comme repère et défini par la diffusion initiale de la cellule lorsque la tension est nulle, à l'instant t_1 (cf. V.18.a). A l'instant t_2 on applique la tension V_1 dont la fréquence f est inférieure à la fréquence critique f_c, cette tension provoque dans la cellule un effet de diffusion dynamique de niveau D ; t_3 correspond au temps de montée de la diffusion dynamique de l'ordre de quelques millisecondes ; le niveau de diffusion reste ensuite constant tant que la tension est appliquée. Lorsqu'on coupe la tension à l'instant t_4, la diffusion décroît plus ou moins lentement jusqu'à un niveau plus bas D_1 et y reste ensuite de façon stable ; ce dernier niveau correspond au niveau de diffusion statique. A l'instant t_6 on applique la tension V_2 : $V_2 < V_1$, on obtient un niveau de diffusion donné à partir duquel on répète l'application de même tension V_2 à plusieurs reprises, à une cadence donnée, on obtient dans ce cas les paliers qui représentent l'effet d'accumulation, où D_2 donne le niveau maximum de diffusion qu'il n'est pas possible de dépasser. Lorsqu'on coupe la tension sur ce point, D_2 reste constante longtemps. En appliquant maintenant une tension V_3 dont la fréquence est élevée, supérieure à la fréquence f_c, de l'ordre de quelques KHZ, à t_7, on observe la diminution du niveau de diffusion au niveau D_3 plus bas que celui de D_o ; D_3 correspond à la structure planaire. Le temps t_8 correspond pratiquement à l'effacement. Lorsqu'on coupe la tension la cellule relance librement pendant le temps t_{10}, au niveau initial D_o. Ainsi on boucle le cycle en revenant à l'état initial. Or $t_8 + t_{10}$ c'est le temps de remise à zéro.

Cycle b

-/-

La tension d'excitation est maintenant supérieure à f_c. L'aspect général reste le même si ce n'est la seule modification observée au départ où le niveau de diffusion diminue de D_o à D_3 lorsqu'on applique la tension V_1, à l'instant t_2 ; celà veut dire que nous observons tout d'abord la transition vers la structure planaire définie par le basculement de l'axe hélicoïdal. Le point de départ 1 se déplace au point 1'.

Les diagrammes précédents sont reproductibles sans changement observable dans le temps.

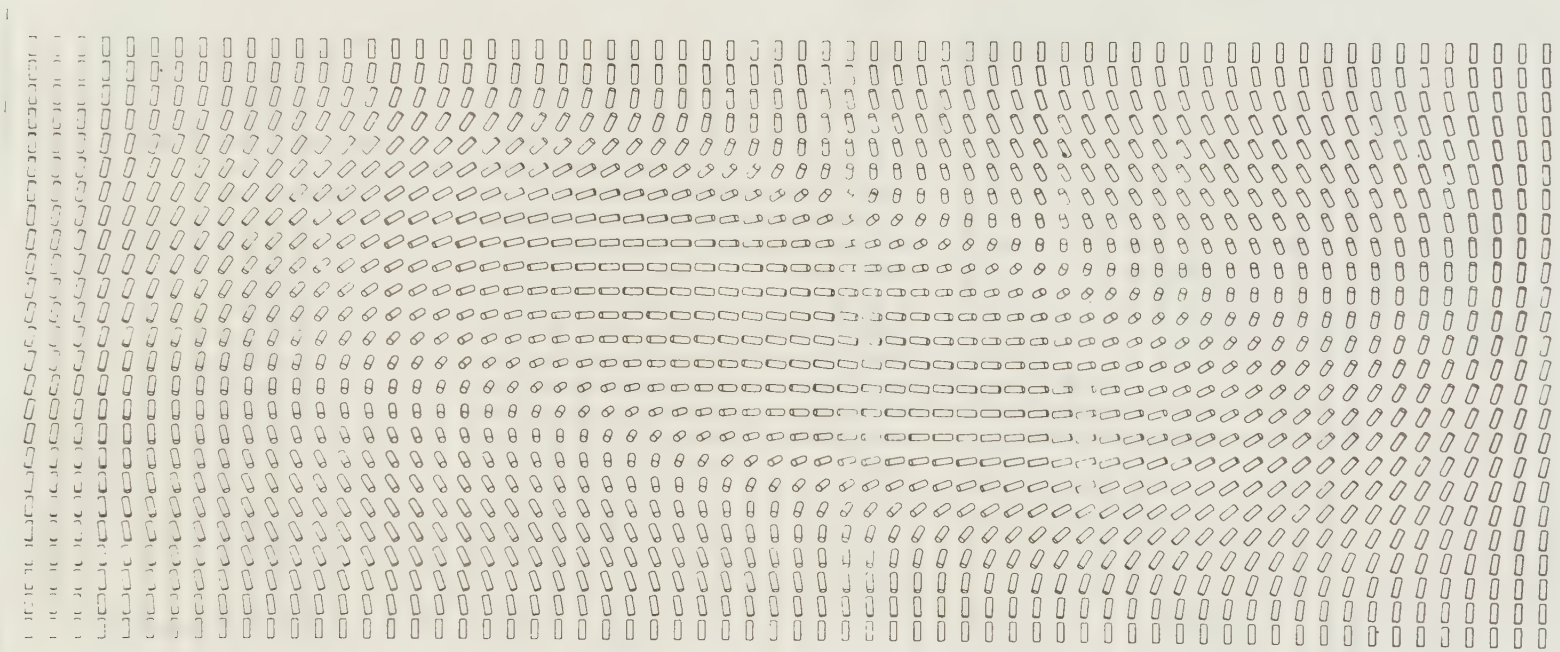


Fig. V.19 : Schéma généré par ordinateur montrant la disposition en structure périodique des molécules de cristal liquide cholestérique dans une cellule à alignement homéotrope le long des parois. Les cylindres sont orientés parallèlement à l'axe du directeur. Les parois de la cellule sont verticales et cette figure montre une période la structure (réf. 50).

V.5. - Discussion sur l'effet mémoire

Selon notre étude précédente, nous pouvons définir les conditions, qui permettent d'obtenir l'effet mémoire, de la façon suivante :

- le mélange de nématique et de cholestérique doit avoir une composition telle que le pas P soit situé dans une gamme comprise entre le tiers de l'épaisseur et l'épaisseur de la cellule environ

$1 < d/p < 3$

Ceci correspond à une concentration en cholestérique de l'ordre de 5 à 10 %.

- l'excitation doit être suffisante pour que la structure spiralée obtenue au seuil soit complètement détruite ; en effet la structure spiralée ne présente qu'une certaine rémanence pendant laquelle la structure retourne plus ou moins rapidement à l'état initial lorsqu'on coupe la tension appliquée ; la diffusion statique au contraire est définie par la stabilisation de la déformation après la suppression de la tension ; la structure obtenue ne présente aucun ordre visible (cf. fig. V.1).

Après la désorientation de la diffusion dynamique, les molécules ne retournent pas à leurs orientations initiales du fait que l'effet des parois n'est pas suffisant, malgré la mince épaisseur de cristal liquide utilisé : de l'ordre de 6 µm.

La structure obtenue, que nous appelons diffusion statique, diffuse fortement la lumière, vers l'avant et vers l'arrière ; elle est stable dans le temps pendant des durées qui peuvent atteindre plusieurs mois, et peut être plus longtemps car nos observations n'ont pas duré au delà. Elle est également effaçable par application d'un champ électrique de fréquence supérieure à la fréquence f_c de relaxation des champs. Nous allons caractériser l'effet mémoire quantitativement en mesurant la variation du niveau de la diffusion statique en fonction des paramètres examinés qui sont les suivants : la concentration en cholestérique (donc le pas), la tension appliquée, la durée des impulsions d'excitation, et éventuellement leur nombre si on utilise l'effet d'accumulation. Enfin nous étudions l'effet d'effacement. Nous signalons parallèlement que Hulin (63) a caractérisé la rémanance, observée en partant de la structure planaire, en mesurant la capacité qui est proportionnelle à la constante diélectrique ε_a pour étudier la transition de la structure planaire à la structure basculée. Le rapport $\Delta C_1 / \Delta C_2$ où ΔC_1 et ΔC_2 sont les variations de la capacité entre la structure planaire et la structure basculée, sera proportionnel au nombre de molécules perpendiculaires aux parois. Ce rapport est égal à 1/2 dans le cas du basculement complet. Cette étude a été confirmée par les travaux de Rondelez (34, 23).

Dans notre étude, nous avons utilisé un mélange cholestérique-nématique dont la structure initiale est homéotrope le long des parois. En fait l'alignement moléculaire du cristal liquide cholestérique se fait en structure périodique; une détermination approchée de cette structure par calculs sur ordinateur a été donnée très récemment par PRESS et al (50) ; Ceci est présenté dans la figure V.19. En outre, nous avons montré précédemment (cf. chapitre IV. et fig. IV.3), que

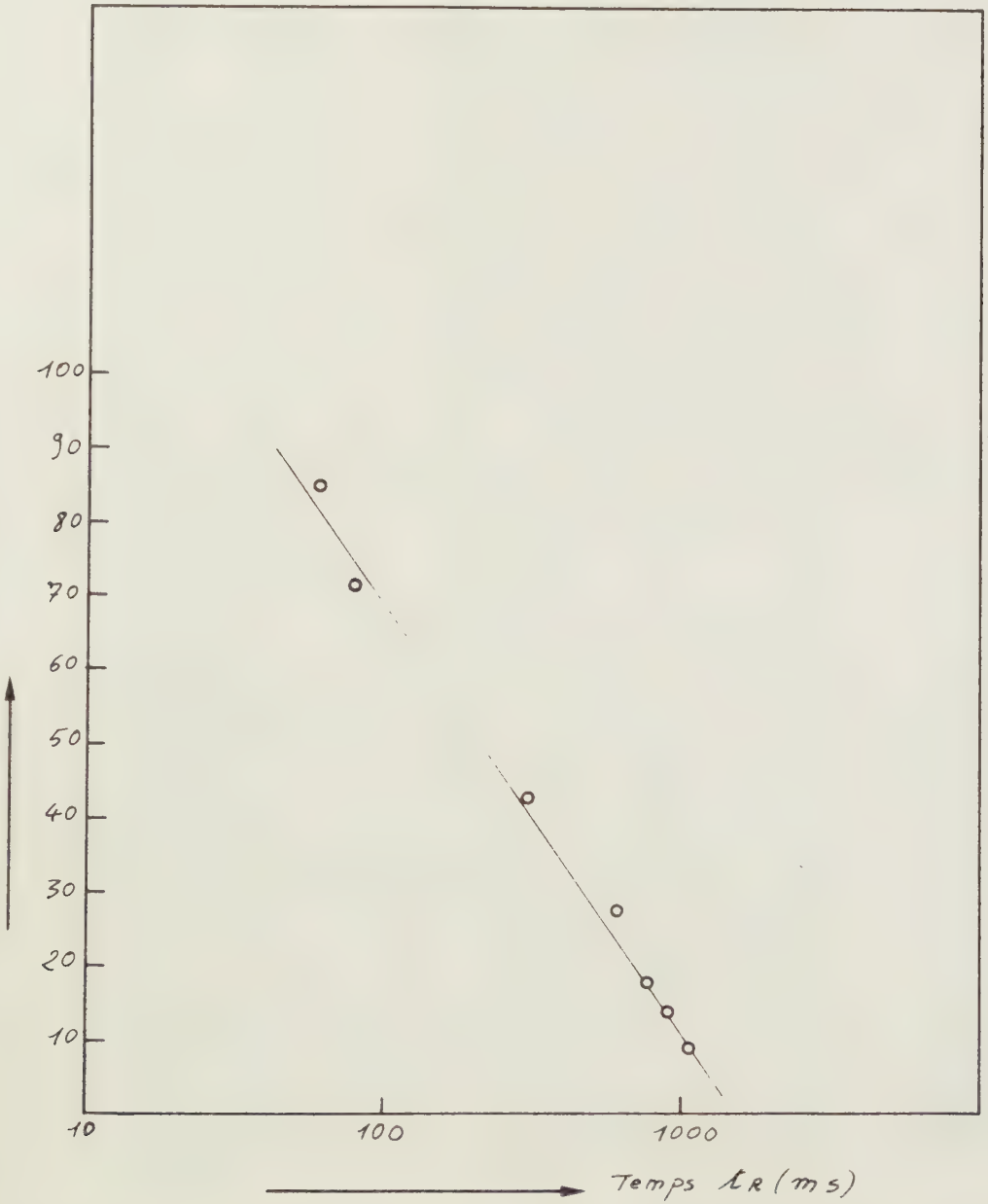


Fig. V.20 : La relaxation vers l'état-d'équilibre est reportée sur des échelles semi-logarithmique en fonction du temps, montrant que cette relaxation est exponentielle.

$$D(t) = (D_o - D_1)e^{-t/\tau_o} + D\ C^{-t/\tau_1}$$

Pour t = 0 le temps caractérise τ = 800 ms.

où **D**(0) : La diffusion maximum pour t = 0
Le cristal liquide utilisé est le mélange :
MBBA + EBBA + CHLORURE CH. (8 %) dont le pas P = 3,3 µm.

Epaisseur d = 6 µm.

l'épaisseur influe fortement sur la période de la déformation.

A partir de cette structure périodique, nous avons effectué une étude expérimentale en utilisant un champ électrique perpendiculaire aux parois.

V.5.1. - Temps de rémanence

Nos mesures nous ont montré qu'une cellule excitée à l'état diffusant, qui atteint la diffusion statique, a besoin d'un temps extrêmement long, qui dépasse en fait des jours ou des semaines ou davantage, pour retourner à l'état initial après la suppression de la tension. Ceci crée évidemment un problème difficile pour observer ce retour, car, il n'est pas commode de fixer les conditions de mesures pendant cette longue durée notamment la température, le système optique, et les appareils de mesures. Nous signalons d'autre part que la relaxation se stabilise parfois sur un certain niveau de diffusion, sans revenir jusqu'au niveau de diffusion initial, et se maintient ensuite à ce niveau. C'est pourquoi nous ne pouvons pas caractériser le temps de retour par le temps de rémanence. Nous étudions désormais donc le temps de retour à l'état d'équilibre, soit l'état initial, soit l'état de diffusion statique. Quand on coupe le champ appliqué, ce retour prend divers aspects comme le montre la figure V.5.

Nous avons caractérisé ce retour par la mesure des variations temporelles de la diffusion lumineuse à travers l'échantillon examiné. A partir de la diffusion maximum, on observe d'abord une diminution rapide, suivie par une décroissance lente. Cette variation transitoire représente une relaxation quasi-exponentielle du fait qu'elle est linéaire sur des échelles semi-logarithmiques, ce que montre la figure V.20. La fonction exponentielle peut donc être représentée par la relation : $D(t) = (D_o - D_1) e^{-t/\tau_0} + D_1 e^{-t/\tau_1}$

où D(o) est la diffusion maximum pour t = o, τ_0 le temps de décroissance initiale rapide et τ_1 le temps de rémanence longue.

Ainsi nous confirmons le résultat obtenu par Hulin (63) en mesurant la variation temporelle de la capacité de l'échantillon. D'autre part, Heilemier (7) qui avait observé l'évolution de la diffusion par une méthode optique analogue à la nôtre a donné ce temps de retour à l'état d'équilibre comme une fonction inverse du temps 1/t.

Nos mesures n'ont pas confirmé ce résultat.

V.5.2. - La diffusion en fonction du pas

La dépendance du niveau de diffusion statique en fonction de la concentration en cholestérique a été présentée au paragraphe V.2.3, montrant que ce niveau atteint des valeurs optimales dans une certaine gamme de concentration. Nous pouvons caractériser cette dépendance d'une façon beaucoup plus précise si nous prenons le rapport de l'épaisseur sur le pas d/p. La figure V.4 montre l'aspect général de cette variation.

Pour $d/p < 1$, la diffusion statique existe mais elle reste faible même pour des tensions élevées. Plus le rapport d/p est

bas, plus la diffusion statique est faible ; la diffusion statique disparait lorsque le rapport d/p est nul, c'est-à-dire lorsque le cristal liquide est nématique.

Pour un rapport $d/p \simeq 1$, nous avons observé que le niveau de diffusion statique n'est pas élevé, en fait la cellule peut retourner à l'état initial au bout d'un temps relativement long, ce qui nous permet de dire que dans ce cas, le cristal liquide présente seulement une longue rémanence.

Pour un rapport $d/p > 1$, la cellule atteint facilement l'état de diffusion statique même pour de faibles tensions. En ce cas la diffusion représente l'effet mémoire ; la diffusion obtenue après la suppression de la tension est durable ; nous l'avons observé sur l'écran de l'oscilloscope à mémoire qui nous a montré un certain niveau de diffusion stable et durant très longtemps. Plus la tension d'excitation est élevée, plus le niveau de diffusion statique est élevé. Lorsque le rapport d/p est très élevé : $d/p \gg 3$, la diffusion statique existe toujours, mais son niveau est plus bas que le cas précédent et il diminue en fonction du pas du mélange ; ceci s'explique par le fait que la structure du mélange s'approche de la structure du cholestérique pur qui en fait nécessite des tensions d'excitation très élevées, supérieures à 100 volts.

Nous résumons donc nos observations en donnant une certaine plage du rapport d/p dans laquelle les mélanges cholestériques-nématiques présentent l'effet de mémoire optique de façon stable, en utilisant des tensions d'excitation pas trop élevées :

$$1 \lesssim d/p \lesssim 3$$

Les mesures ont été faites principalement sur des cellules de faible épaisseur : de l'ordre de 6 µm.

V.5.3. - Influence du champ

L'aspect général de la variation de la diffusion en fonction du champ, présenté dans la figure V.9, nous permet d'observer les points suivants : la diffusion statique n'apparaît qu'à partir d'un certain champ, et ce champ est un peu plus élevé que le seuil de la diffusion dynamique ; la diffusion statique ne commence à apparaître qu'après la destruction totale de la structure spiralée obtenue au seuil. D'autre part le niveau de diffusion statique augmente non linéairement en fonction du champ. Les courbes donnant le niveau de diffusion statique en fonction de la tension appliquée présentent une bosse correspondant à un premier maximum de la diffusion statique. Cependant les niveaux de diffusion statique correspondant à cette bosse ne sont pas tout à fait stables, c'est-à-dire qu'au bout de quelques heures nous avons pu observer un abaissement de ces niveaux, de l'ordre de 10 %, c'est-à-dire que nous avons observé un effet de rémanence très longue s'ajoutant à la diffusion statique stable. Par contre les niveaux de diffusion statique correspondant à la deuxième bosse ou au delà sont très stables et durables.

L'état de saturation du niveau de diffusion statique peut être atteint pour des champs élevés, ce qui signifie que la déformation obtenue est limitée. A cet égard nous présentons les meilleures gammes de tensions dans lesquelles l'effet mémoire est observé parfaitement :

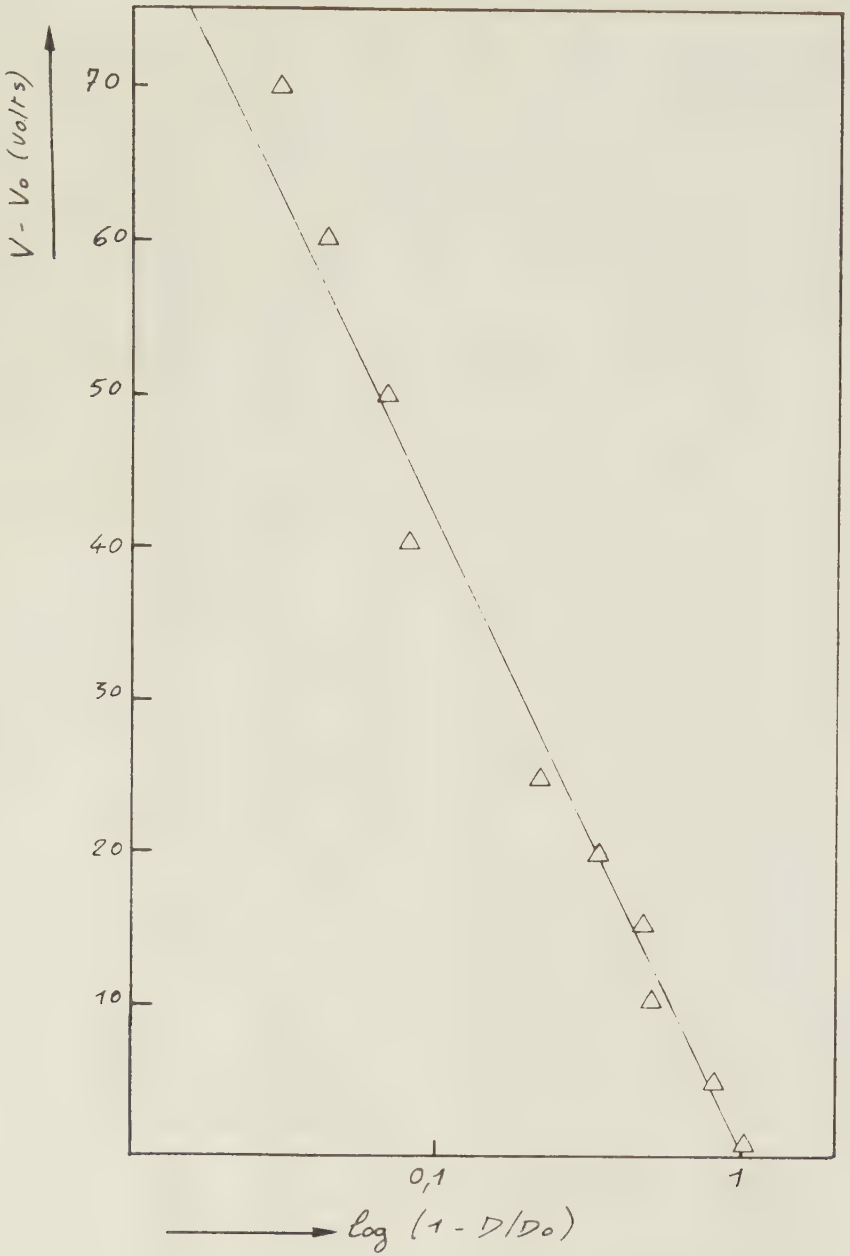


Fig. (V.21) : Variation du niveau de diffusion statique "D" en fonction de la tension appliquée. Les points expérimentaux sont donnés pour un mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate CH (5 %) dont le pas est égale à P = 4,5 µm.

La droite en traits pleins correspond à une courbe théorique de la forme :

$$D = D_0 \ (1 - e^{a(v - v_0)})$$

où D_0 est le niveau maximum de diffusion statique : 92 %

V_0 est la tension critique au dessous de laquelle la diffusion statique est nule : 10 Volts

a est une constante où sa valeur est donnée par : 0,05

L'épaisseur d = 6 µm.

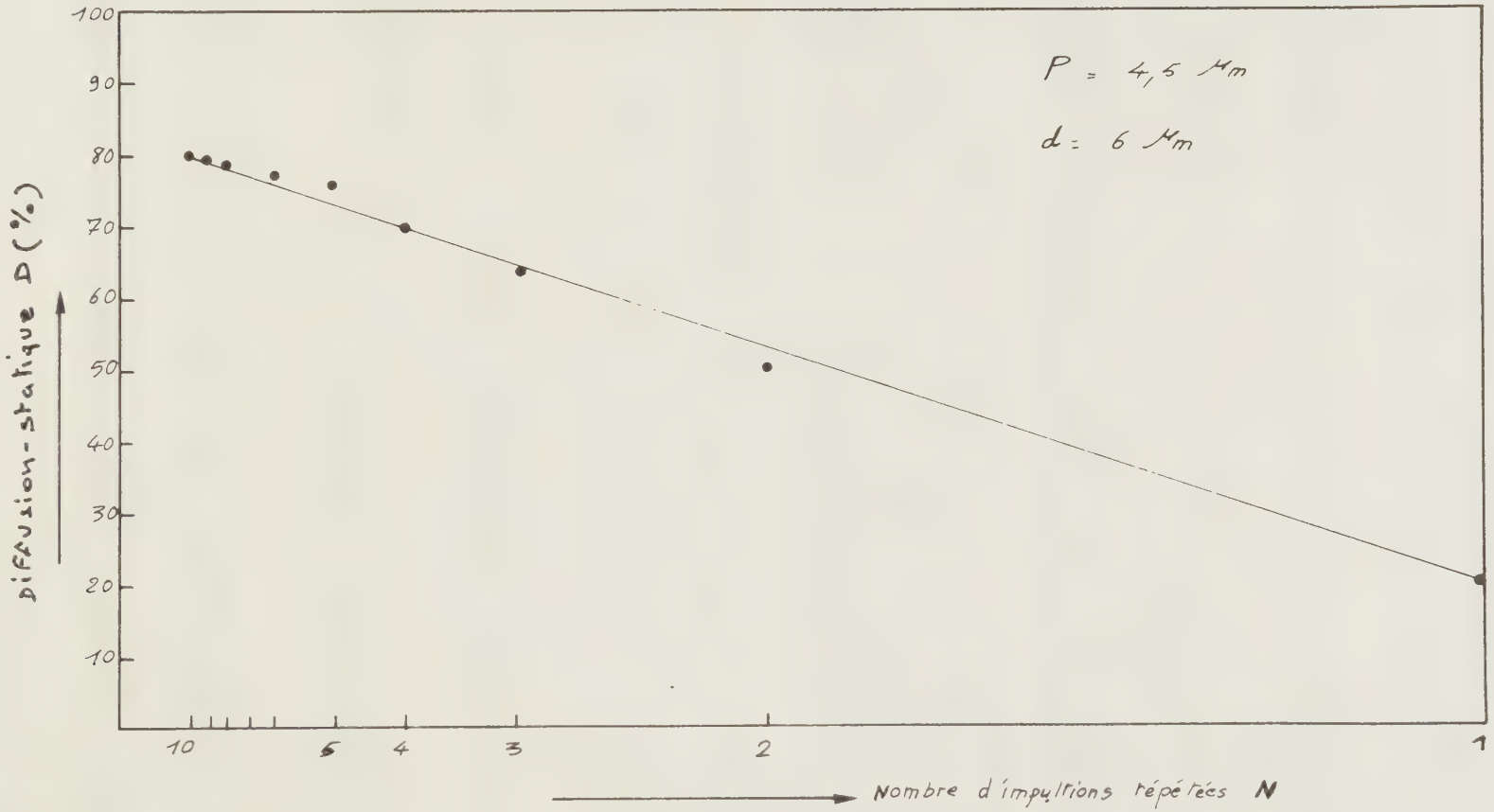


Fig. V.22 : La variation du niveau de diffusion-statique en fonction du nombre d'impulsion répétées. La variation est une fonction linéaire de D = A-B/N.

MBBA + EBBA + Nonanoate CH. (5 %)

Les points expérimentaux sont obtenus en appliquant une tension de 80 Volts pendant un temps d'excitation de t_a = 4 ms, répétée pour une cadence de 4 sec.

$\frac{\text{Cadence}}{t_a}$ = 1000 le nombre de lignes.

- Pour un temps d'excitation t_a = 100 ms la gamme de tension est comprise entre 40 et 80 volts.

- Pour t_a = 10 millisecondes, cette gamme devient un peu plus élevée : 50 à 90 volts. La fréquence des champs utilisés était fixe, de l'ordre de 100 HZ.

Pour de faibles et fortes concentrations, respectivement $d/p < 1$ et $d/p > 3$, l'apparition de la diffusion statique nécessite des champs élevés par rapport à ceux du domaine de concentrations précédent.

Nous avons remarqué que le niveau de diffusion statique en fonction du champ tend exponentiellement vers une limite D_o, ce qui correspond à une courbe de la forme :

$$D = D_o \ (1 - \exp a \ (V_o - v))$$

où D_o est le niveau maximum de diffusion statique.

V_o est la tension critique au dessous de laquelle la diffusion statique est nulle.

Les mesures expérimentales obtenues correspondent parfaitement à la relation précédente excepté quelques points qui correspondent aux bosses observées auparavant. La figure V.21 montre ce résultat pour un mélange nématique-cholestérique dont le pas est de l'ordre de 4,5 µm et une épaisseur de l'ordre de 6 µm.

V.5.4. - Excitation par impulsions répétées

Nous avons déjà montré (cf. fig. V.13) que la diffusion statique augmente par paliers successifs chaque fois que la tension est appliquée, jusqu'à ce que le niveau de diffusion atteigne l'état de saturation. Nous désignons ce phénomène par l'effet d'accumulation, qui s'explique par le fait que la déformation correspondant à une impulsion donnée se maintient jusqu'à l'impulsion suivante pour laquelle la déformation monte à un niveau un peu plus élevé etc.

Nous avons remarqué que la variation du niveau de diffusion statique est une fonction du nombre d'impulsions répétées N de la forme :

$$D = A - B/N$$

Cette dépendance est présentée dans la figure V.22.

Cet effet est intéressant pour l'application sur un écran matriciel : il permet d'une part de diminuer l'influence des impulsions parasites, car la cellule ne présente pas l'effet de diffusion pour des impulsions de faible tension et de faible durée, et d'autre part cet effet permet d'accroître le contraste du fait qu'au bout de plusieurs impulsions d'excitation de tension assez élevée, la diffusion statique atteint un haut niveau, tandis que le niveau de diffusion pour des impulsions de tension moins élevée reste toujours faible.

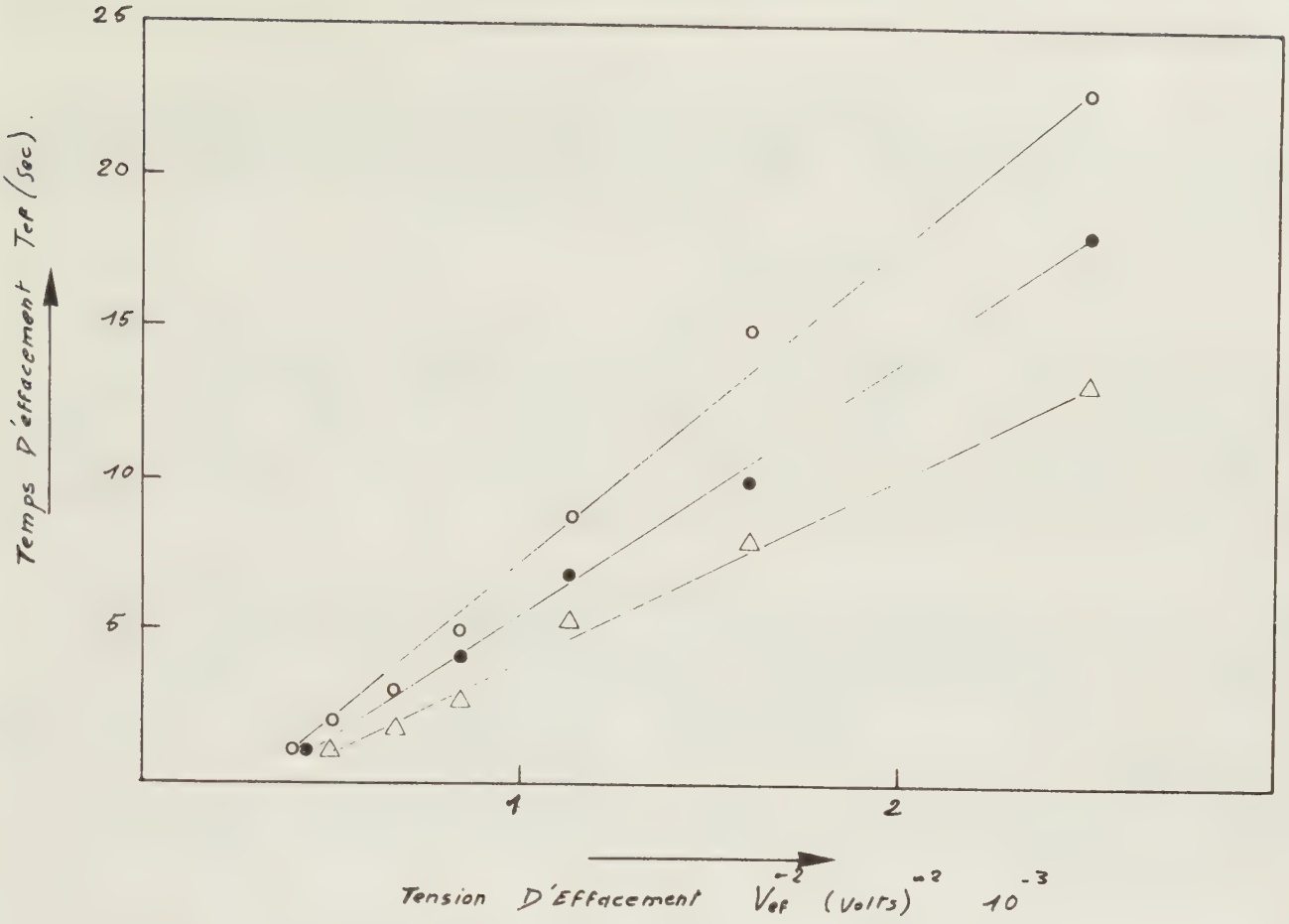


Fig. V.23 : Variation du temps d'effacement en fonction de la tension.

Les points expérimentaux correspondent aux différentes fréquences f_{eff} = 2,5 (0) - 5 (●) - 10 (▲) KHZ.

Le cristal liquide utilisé est le mélange :

MBBA + EBBA + NONANOATG CH. (8 %).

dont le pas P = 3,7 µm.

Epaisseur d = 6 µm.

Température θ = 22° C

Nous signalons finalement que cet effet permet de diminuer l'amplitude des impulsions nécessaires pour exciter la cellule à un niveau de diffusion élevé ; le même niveau de diffusion nécessite normalement une impulsion de tension élevée.

V.5.5. - L'effacement

Nous avons déjà défini l'effacement par le retour de la structure déformée à la structure planaire à l'aide d'un champ électrique, à haute fréquence $f \gg f_c$. Nous avons donc caractérisé l'effacement par le temps au bout duquel ce retour est achevé. Le temps d'effacement est défini par l'intervalle entre l'instant où le champ est appliqué et l'instant d'apparition de la structure planaire. Nos mesures sont prises sous microscope.

Les valeurs expérimentales obtenues (cf. Fig V.15) peuvent être représentées avec une bonne approximation par des relations linéaires entre le temps d'effacement T_{ef} et l'inverse du carré de la tension V^{-2} comme le montre la figure V.23 ; les relations ne sont évidemment valables que dans un domaine de tensions limité ; aux tensions plus élevées, les courbes ne peuvent évidemment pas couper l'axe t = o, et pour des tensions très élevées, on entre dans le domaine de la diffusion dynamique. Inversement, pour les faibles tensions, ces courbes ne sont pas valables au voisinage de la tension de seuil.

Les mesures ont été faites pour trois valeurs de la fréquence f = 2,5 KHZ, 5 KHZ et 10 KHZ ; cependant les temps d'effacement deviennent finalement assez voisins les uns des autres pour des tensions plus ou moins élevées ; nous avons pu, par exemple, effacer l'information optique en un temps de l'ordre d'une seconde en appliquant une tension de l'ordre de 50 volts à la température ambiante. Nous avons constaté également que lorsqu'on augmente la fréquence d'effacement à partir de la fréquence critique f_c, le temps d'effacement T_{ef} passe par un minimum, puis s'accroît, c'est-à-dire que l'effacement peut s'achever en un temps très court quand la fréquence est de l'ordre de quelques KHZ.

D'autre part, lorsqu'on fait croître encore la fréquence d'effacement, en présence du champ, la structure planaire demeure inchangée jusqu'à une fréquence de l'ordre de 1 MHZ, au delà de laquelle l'impédance de la cellule diminue avec la fréquence et devient du même ordre de grandeur que celle des circuits de commande, si bien que la tension effectivement appliquée s'abaisse peu à peu et devient finalement trop faible pour produire l'effacement.

CHAPITRE VI

-/-/-

Réalisation d'une maquette comportant un écran à adressage matriciel de dimensions réduites et son système électronique de commande

-/-/-

VI. - REALISATION D'UNE MAQUETTE COMPORTANT UN ECRAN A ADRESSAGE MATRICIEL DE DIMENSIONS REDUITES ET SON SYSTEME ELECTRONIQUE DE COMMANDE

VI.1. - Introduction

Le but de cette étude est de montrer la faisabilité d'un écran plat matriciel permettant l'affichage d'une image fixe comportant un grand nombre d'éléments, de l'ordre de 10^6 soit 1000 lignes et 1000 colonnes. Chaque élément matriciel présente deux états possibles, noir ou blanc sans teinte intermédiaire. L'adressage doit se faire à partir de signaux électriques appliqués sur les électrodes ; l'excitation d'un élément de l'écran résulte de la coïncidence d'impulsions sur les deux électrodes croisées correspondant à cet élément. L'image est reçue sous la forme d'un signal électrique binaire séquentiel correspondant à un balayage ligne après ligne et l'image complète doit être inscrite en moins de 10 secondes. Supposons que les informations soient appliquées parallèlement sur toutes les colonnes, il en résulte que le temps d'adressage d'une ligne est de 10 millisecondes et donc le temps de montée du cristal liquide doit être inférieur à 10 millisecondes.

Après l'excitation du cristal liquide, on peut envisager deux possibilités. Ou bien le cristal liquide revient à son état initial, ou bien il revient à un état différent et reste diffusant. Dans le premier cas, l'image inscrite a tendance à disparaître, et il est nécessaire de répéter le balayage pour la régénérer ; afin d'éviter les variations de luminance de l'image, il faut que le temps de descente du cristal liquide soit nettement supérieur à l'intervalle entre deux balayages successifs, donc nettement supérieur à 1000 fois le temps de montée. Dans le deuxième cas, l'image reste affichée de façon stable après un seul balayage ; cette solution présente donc l'avantage de libérer ensuite le canal de transmission.

Les premiers essais ont montré que les cristaux liquides nématiques ne permettaient pas d'atteindre les objectifs fixés ; le rapport entre les temps de descente et de montée reste trop faible, et il semble difficile, en raison des impulsions parasites, d'obtenir un contraste suffisant entre les points blancs et noirs. Nous avons donc décidé d'employer les mélanges nématiques-cholestériques, en utilisant l'effet mémoire dans ces mélanges pour éviter le balayage périodique de l'écran.

Nous avons vu précédemment qu'il existe deux types d'alignement des molécules le long des parois, l'un planaire, c'est-à-dire parallèle aux parois, l'autre homéotrope, c'est-à-dire perpendiculaire aux parois.

Nous allons montrer que la valeur dutemps de montée est toujours plus faible dans cette deuxième configuration, et que par ailleurs après la suppression du champ électrique, on obtient selon les cas soit un temps de descente plus long, soit un niveau de diffusion statique plus élevé.

Nous allons présenter ensuite des mesures montrant l'influence des différents paramètres : composition du mélange, amplitude et fréquence des tensions de commande, durée des impulsions.

Nous présenterons ensuite des mesures se rapportant plus particulièrement à l'application envisagée ; nous supposerons qu'on applique une tension V_m sur l'électrode de la ligne à inscrire et une tension V_o en phase ou en opposition de phase sur les différentes colonnes ; il en résulte donc une tension $V_1 = V_m - V_o$ sur les éléments qui ne doivent pas être excités et une tension $V_2 = V_m + V_o$ sur les éléments à exciter ; d'autre part la tension V_o va être appliquée pendant la durée de l'adressage des autres lignes, ce qui limite sa valeur possible et donc la différence $V_2 - V_1$.

Aux deux tensions V_1 et V_2 correspondant respectivement les niveaux de diffusion D_1 et D_2 ; le contraste entre ces deux états doit être aussi élevé que possible, il faut donc que D_1 reste faible et que D_2 soit élevée. Dans cette série de mesures, nous avons ainsi étudié l'influence des tensions d'adressage et de leur durée, afin de pouvoir ensuite optimiser le système.

Les mesures sont effectuées sur des éléments matriciels dont les surfaces varient entre 1 et 4 mm2. L'épaisseur du cristal liquide a été fixée à 6 microns environ. Les pas des mélanges cholestériques-nématiques sont choisis dans une gamme de 2 à 8 microns, pour laquelle l'effet mémoire est optimal comme nous l'avons observé au chapitre précédent.

Sur la base des mesures expérimentales, nous présentons finalement une maquette comportant deux parties principales : le dispositif à cristal liquide et le système de commande.

- le dispositif est un petit écran matriciel comportant 16 lignes et 16 colonnes, dont la résolution est de 4 points par millimètre, la surface de chaque élément est de 150 x 150 µm, et l'épaisseur de cristal liquide de l'ordre de 6 microns.

- Le système électronique de commande fournit les impulsions nécessaires sur les électrodes de lignes et de colonnes afin d'assurer le balayage ligne par ligne. Ce système est conçu pour être facilement extensible à la commande d'un écran matriciel à grand nombre d'éléments (10^6).

VI.2. - Temps de réponse

Nous avons défini dans l'énoncé de nos objectifs (Cf. Ch. 1) le temps d'adressage ou le temps de transmission, de l'ordre de dix secondes ; pour un écran matriciel comportant 1000 lignes et 1000 colonnes, celà définit donc un temps d'adressage de 10 millisecondes par ligne, il est donc indispensable que le cristal liquide atteigne l'état de diffusion nécessaire en moins de 10 millisecondes. Par contre le temps de descente doit être nettement supérieur à 1000 fois le temps de montée. Notre étude a porté sur deux cas : sur le nématique seul et sur des mélanges cholestériques-nématiques.

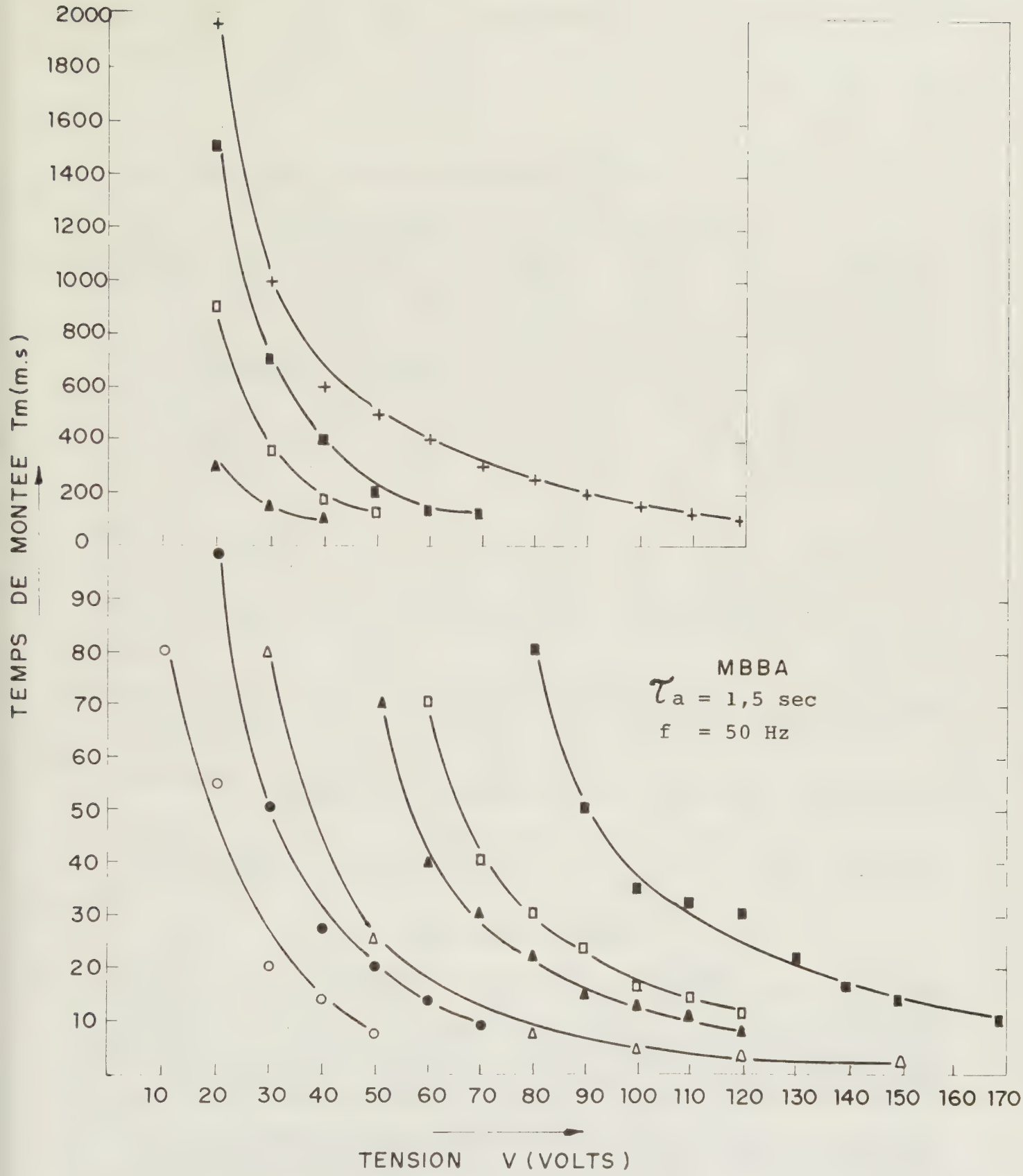


Fig. VI.1 : Variation du temps de montée en fonction de la tension. Les points expérimentaux correspondent aux différentes épaisseurs :

d = 10 (○) - 20 (●) - 25 (△) - 40 (▲) - 50 (□) - 75 (■) - 100 (+) µm.

τ_a = Temps d'excitation

f = Fréquence du champ

Température ambiante.

VI.2.1. - Temps de réponse dans les nématiques

Deux paramètres nous concernent ici, les temps de montée et de descente. Nous avons employé à titre d'expérience un produit nématique pur le MBBA, et un mélange nématique industriel, fait par Eastman Kodak n° 11880. Des épaisseurs comprises entre 10 et 100 µ.m. ont été utilisées, et des tensions jusqu'à 170 volts ont été appliquées sur des cellules ayant des surfaces de l'ordre de 4 cm2. C'est l'effet de diffusion dynamique qui est utilisé ; la fréquence du champ est basse, inférieure à la fréquence de relaxation des charges données par la relation $f_r = 1/2\pi\rho\varepsilon$; nous avons donc utilisé le plus souvent une fréquence de 50 Hz. Le temps d'excitation que nous avons choisi est de 1,5 sec (il est suffisamment long pour qu'il dépasse certainement le temps de montée).

Les mesures sont prises à la température ambiante, entre 20° C et 27° C. Les cellules se montrent transparentes à l'oeil nu, au repos, sous champ électrique ; compte tenu des réflections sur les différentes interfaces, et des absorptions ou diffusions éventuelles, on constate que leur insertion fait baisser de 10 à 40 % l'intensité de la lumière qui atteint le P.M.

La configuration initiale de la structure nématique est homéotrope ; les molécules sont perpendiculaires aux parois, l'orientation est assurée par le produit alignant DMOAP.

La direction du champ est perpendiculaire aux parois, donc parallèle à la direction des molécules.

Pour étudier l'influence de la fréquence sur le temps de réponse, nous l'avons fait varier entre 1 et 500 Hz.

VI.2.1.1. - Temps de montée Tm

Une série de mesures est effectuée sur le produit MBBA. Les points expérimentaux sont présentés sur la figure (VI.1) qui montre la variation du temps de montée en fonction de la tension, pour différentes épaisseurs. T_m est mesuré à 90 % du niveau de diffusion correspondant à chaque tension. Le temps d'excitation est de l'ordre de 1,5 secondes.

On remarque que ce temps décroît en fonction de la tension, il est généralement élevé aux environs de la tension du seuil, diminue rapidement lorsque la tension s'accroît de quelques volts ; ensuite il diminue plus lentement d'une façon régulière lorsque la tension s'élève et enfin il devient presque constant pour des tensions élevées (au delà de 100 V). L'aspect général des courbes expérimentales est le même pour les différentes épaisseurs.

Un temps de montée de l'ordre de quelques millisecondes a été obtenu, pour des tensions supérieures à une centaine de volts. En général, dans toutes les mesures que nous avons prises, le temps de montée peut varier de quelques millisecondes à quelques

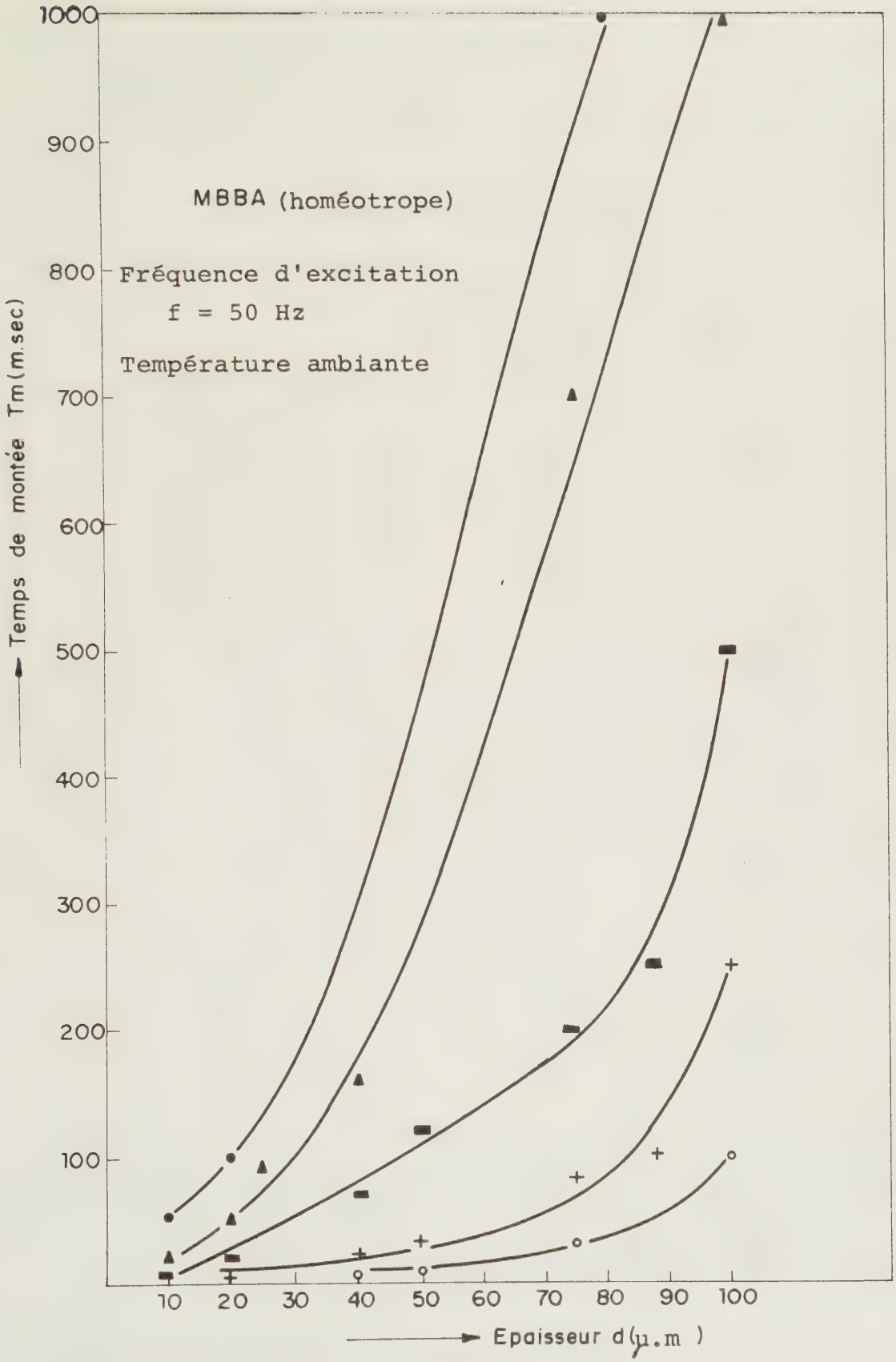


Fig. VI.2. :
Variation du temps de montée en fonction de l'épaisseur. Les courbes expérimentales sont données pour différentes tensions V = 20 (●) - 30 (▲) - 50 (▬) - 80 (+) - 120 (o) volts.

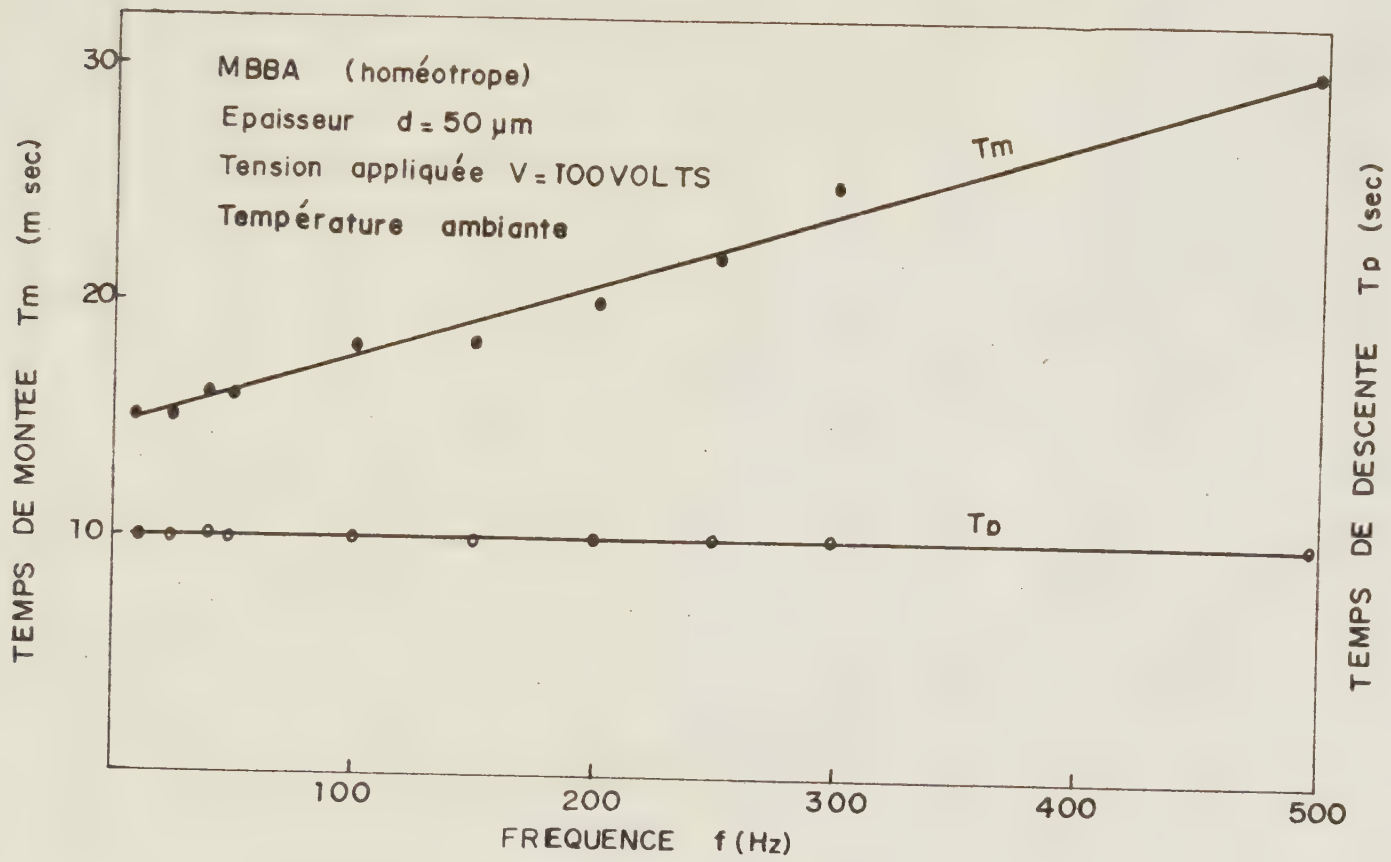


Fig. VI.3. :

L'influence de la fréquence sur le temps de montée et le temps de descente. Deux courbes expérimentales pour :

● — — — T_m (m.sec.) et o — — — T_D (sec.).

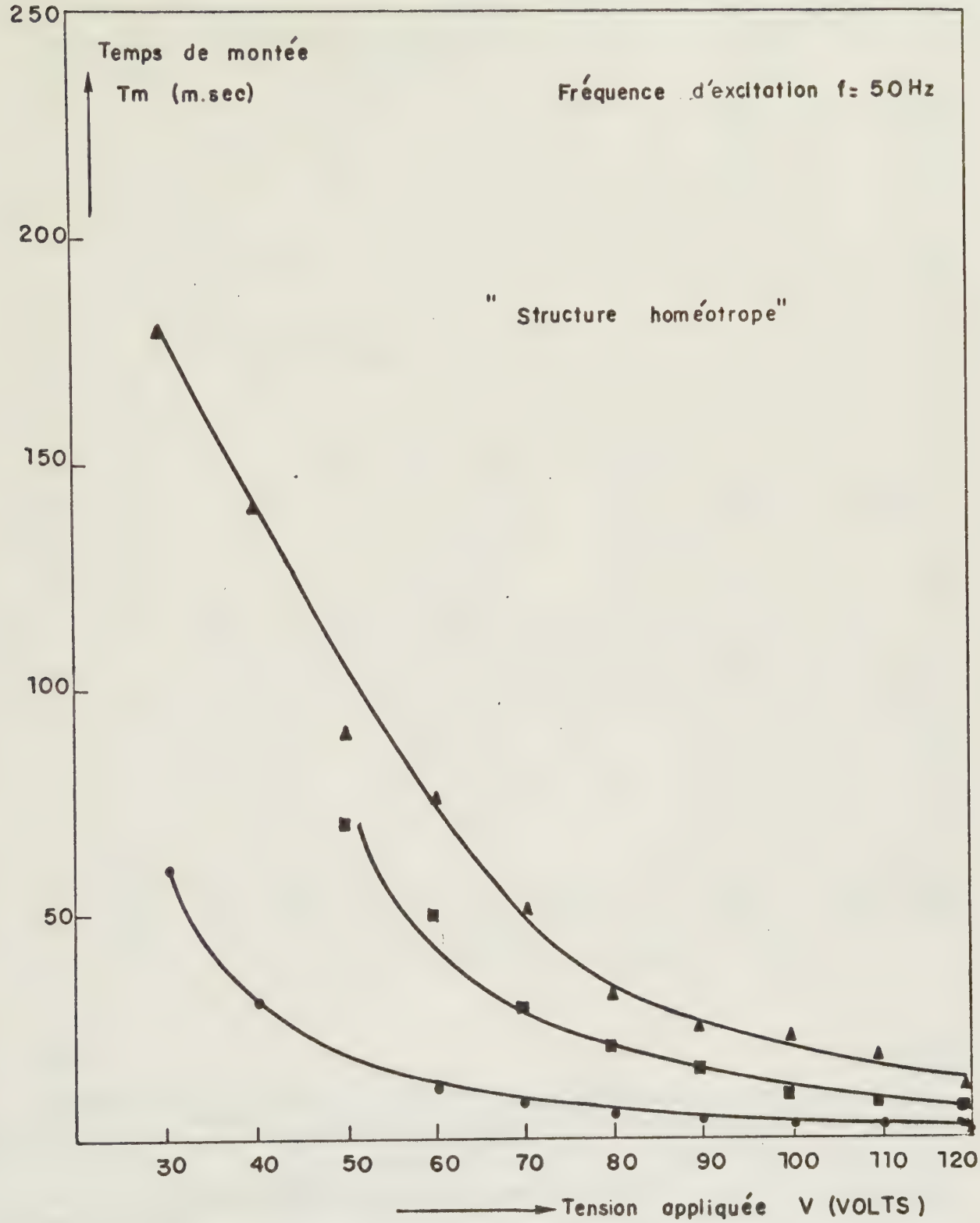


Fig. VI.4. :

Variation du temps de montée en fonction de la tension appliquée. Les courbes expérimentales sont données pour différentes épaisseurs : d = 20 (●) - 40 (■) - 50 (▲) µm.

Le cristal liquide est le mélange nématique d'Eastman Kodak (11880).

Température ambiante.

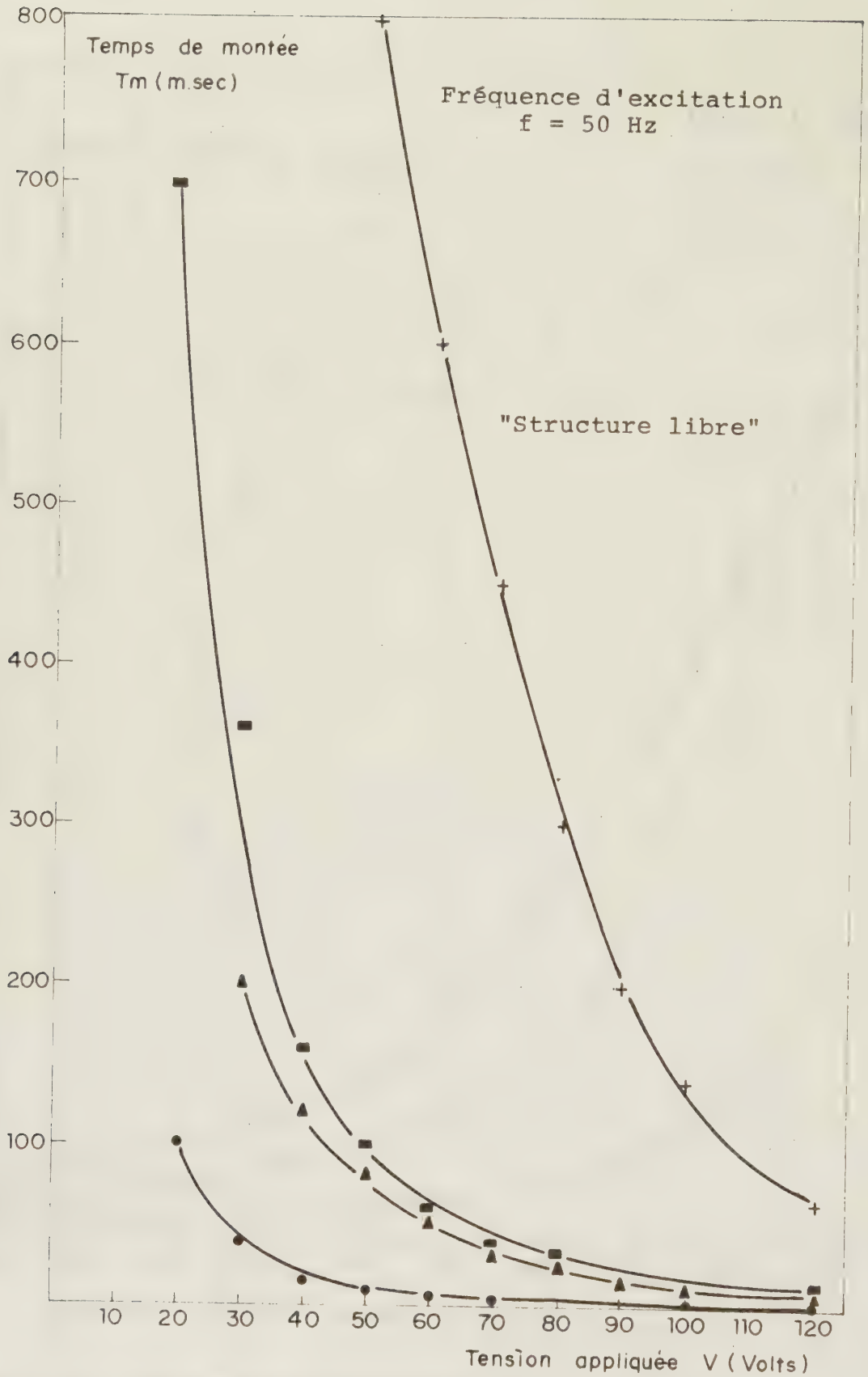


Fig. VI.5 : Variation du temps de montée en fonction de la tension appliquée. Les courbes expérimentales sont données pour différentes épaisseurs : d = 13 (●) - 40 (▲) - 50 (▬) - 100 (+) μm.

Le cristal liquide est le mélange nématique n° 11880. Température ambiante.

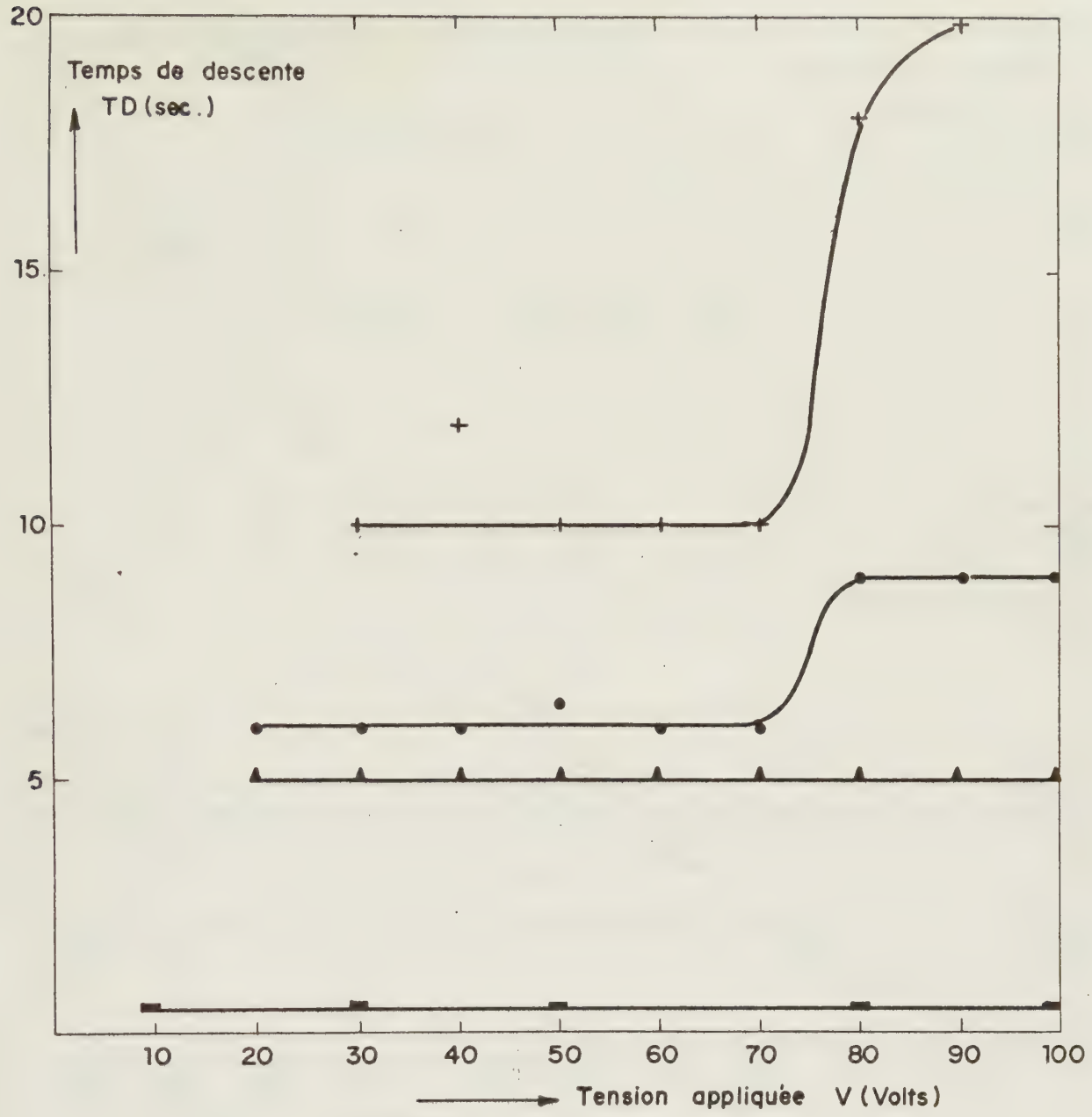


Fig. VI.6. :

Dépendance du temps de descente en fonction de la tension appliquée. Les courbes expérimentales sont données pour différentes épaisseurs : d = 25 (▬) - 50 (▲) - 75 (●) - 100 (+) µm.

Le cristal liquide nématique est le M.B.B.A. dont la structure est homéotrope.

La fréquence d'excitation f = 50 Hz. Température ambiante.

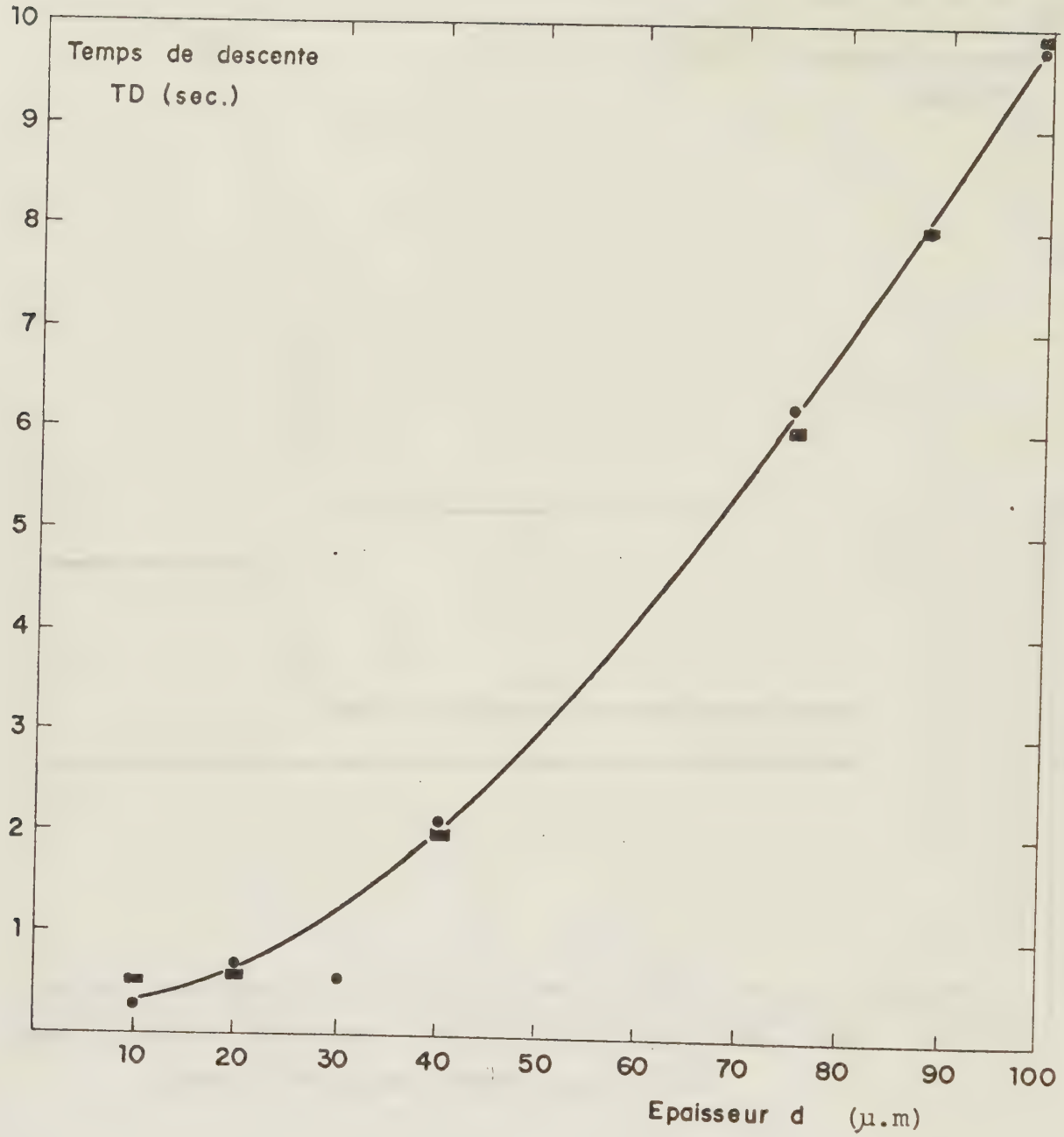


Fig. VI.7. :

Variation du temps de descente en fonction de l'épaisseur.

Les points expérimentaux sont donnés pour différentes tensions : V = 30 (▬) - 50 (●) volts.

La fréquence d'excitation f = 50 Hz.

Le cristal liquide est le MBBA.

Température ambiante.

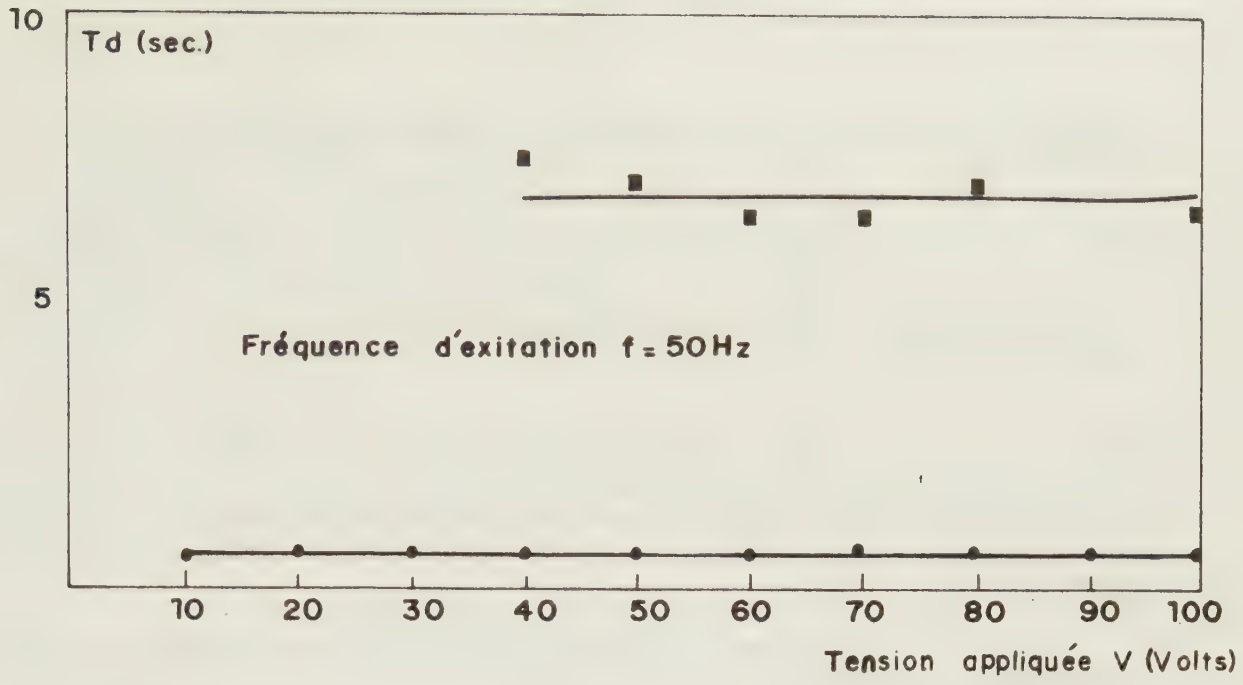


Fig. VI.8. :

L'influence de la tension appliquée sur le temps de descente. Les points expérimentaux sont donnés pour différentes épaisseurs :

d = 25 (•) - 50 (■) µm.

Le cristal liquide est le mélange némat ique n° 11 880.

centaines de millisecondes selon l'épaisseur et la tension appliquée.

Pour une tension donnée, le temps de montée s'accroît en fonction de l'épaisseur comme le montre la figure (VI.2). La croissance est rapide pour des faibles tensions par contre aux fortes tensions (V = 120 volts) la croissance est très lente.

Pour une épaisseur donnée et une tension fixe, le temps de montée s'accroît lentement et linéairement en fonction de la fréquence comme le montre la figure(VI.3). Cette dépendance est observée dans la zone de la diffusion dynamique, dans la gamme des fréquences inférieures à la fréquence de relaxation des charges f_c.

Une autre série de mesures est effectuée sur le mélange nématique (11880) dans deux cas : sans et avec l'effet d'alignement imposé aux molécules.

Les figures (VI.4,5) montrent la variation du temps de montée en fonction de la tension pour différentes épaisseurs. L'aspect de ces courbes est tout à fait semblable à celui du MBBA, avec bien sûr des valeurs numériques un peu différentes. Dans tous les cas, un temps de quelques millisecondes est obtenu, mais le champ requis est toujours élevé. L'effet d'alignement sur ce produit ne change pas beaucoup ce temps ; une faible diminution est observée dans le cas où le produit est libre entre les deux surfaces des plaquettes. Cette diminution est due au fait que l'orientation moléculaire n'est pas tout à fait perpendiculaire aux parois ; la structure nématique est inclinée sur les surfaces.

Pour une tension donnée, ce temps s'accroît en fonction de l'épaisseur. La variation est analogue à celle que nous avons obtenu avec le produit MBBA.

VI.2.1.2. - Temps de descente

Théoriquement ce temps est indépendant de la tension d'excitation. En fait on observe dans certains cas une variation du temps de descente en fonction de la tension appliquée. La figure VI.6 montre cette variation pour différentes épaisseurs en utilisant le produit nématique MBBA, la fréquence de la tension étant fixée à 50 Hz. La figure montre qu'effectivement jusqu'à une épaisseur de l'ordre de 50 µm, le temps de descente est indépendant de la tension. Par contre, au delà de cette épaisseur le temps de descente reste d'abord constant jusqu'à une certaine valeur de la tension mais il augmente ensuite non linéairement en fonction de la tension.

Pour des tensions constantes, nous avons observé que le temps de descente s'accroît non linéairement avec l'épaisseur, cette dépendance est présentée dans la figure VI.7 ; l'aspect de la variation est analogue à celui du temps de montée en fonction de l'épaisseur.

Pour une tension et une épaisseur fixes, nous avons trouvé que ce temps est indépendant de la fréquence comme le montre la figure VI.3.

Une autre série de mesures, concernant le mélange nématique, montre que le temps de descente est également constant en fonction de la tension pour de minces épaisseurs, cette variation est présentée dans la figure VI.8.

Nous pouvons noter finalement que le temps de descente atteint des valeurs élevées de l'ordre de quelques secondes dans la phase nématique.

VI.2.1.3. - Discussion sur les résultats

Nous allons maintenant reprendre les résultats de ces mesures pour comparer les différents temps de montée et de descente, et voir s'ils peuvent conduire à une solution compatible avec les contraintes imposées par nos objectifs.

Le temps de montée doit être aussi court que possible, le temps de descente doit être nettement supérieur à 1000 fois le temps de montée et de l'ordre de quelques secondes au moins.

Sur la base de nos résultats expérimentaux sur ce temps et également sur d'autres paramètres comme le niveau de diffusion observé et mesuré par la cellule en régime de transmission, et la tension du seuil mesurée dans cet effet, nous présentons la conclusion suivante :

- le temps de montée

Ce temps dépend non seulement de la tension appliquée mais encore des autres grandeurs physiques : l'anisotropie diélectrique, la viscosité et l'élasticité. Ces facteurs étaient constants au cours de notre travail, car nous avons effectué les mesures à la température ambiante, donc à température à peu près fixe.

Les résultats expérimentaux donnant T_m en fonction de la tension V sont en bon accord avec l'expression donnée sous la forme $T_m = A\, \gamma\, d^2 / \varepsilon_a V^2$

où : A est une constante
- γ la viscosité
- d l'épaisseur
- ε_a la constante diélectrique : $\varepsilon_a = \varepsilon_{/\!/} - \varepsilon_{\perp}$
- V la tension électrique appliquée.

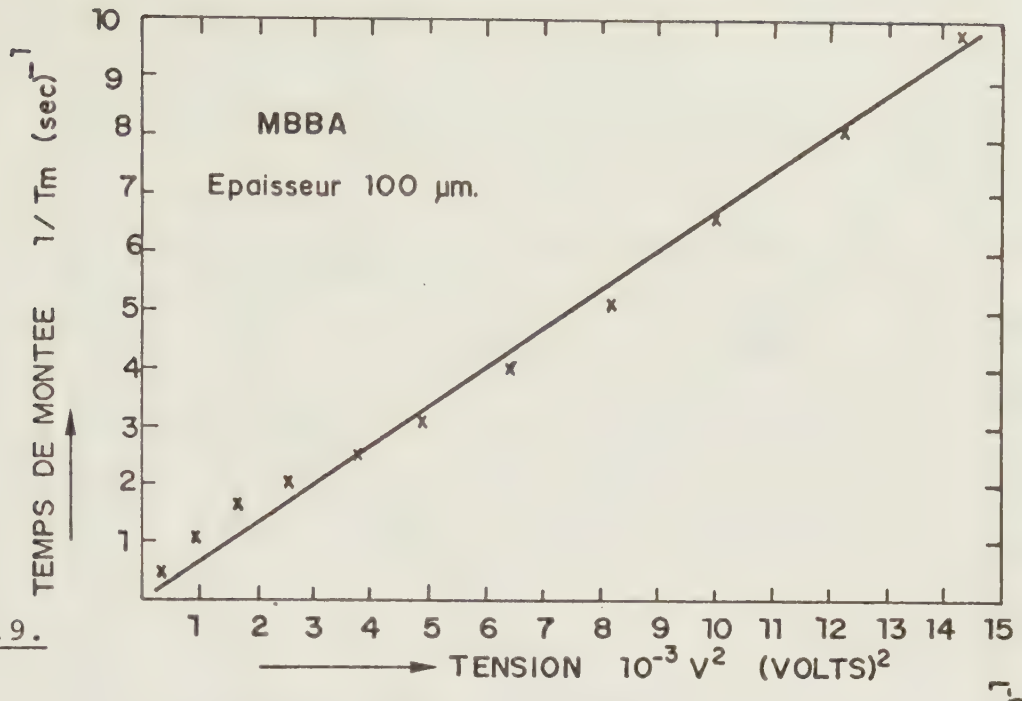


Fig. VI.9.

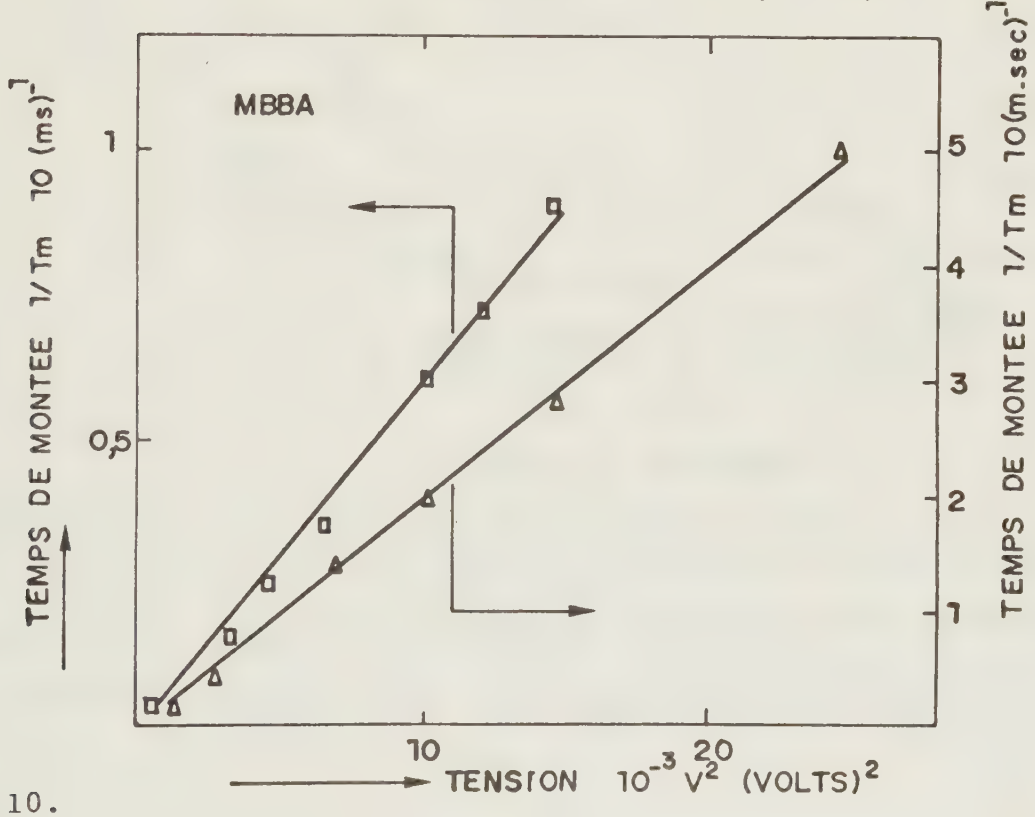


Fig. VI.10.

Variation de l'inverse du temps de montée en fonction du carré de la tension d'excitation, fréquence d'excitation f = 50 Hz.

Les points expérimentaux sont donnés pour différentes épaisseurs : d = 25 (Δ) - 50 (□) - 100 (+) µm.

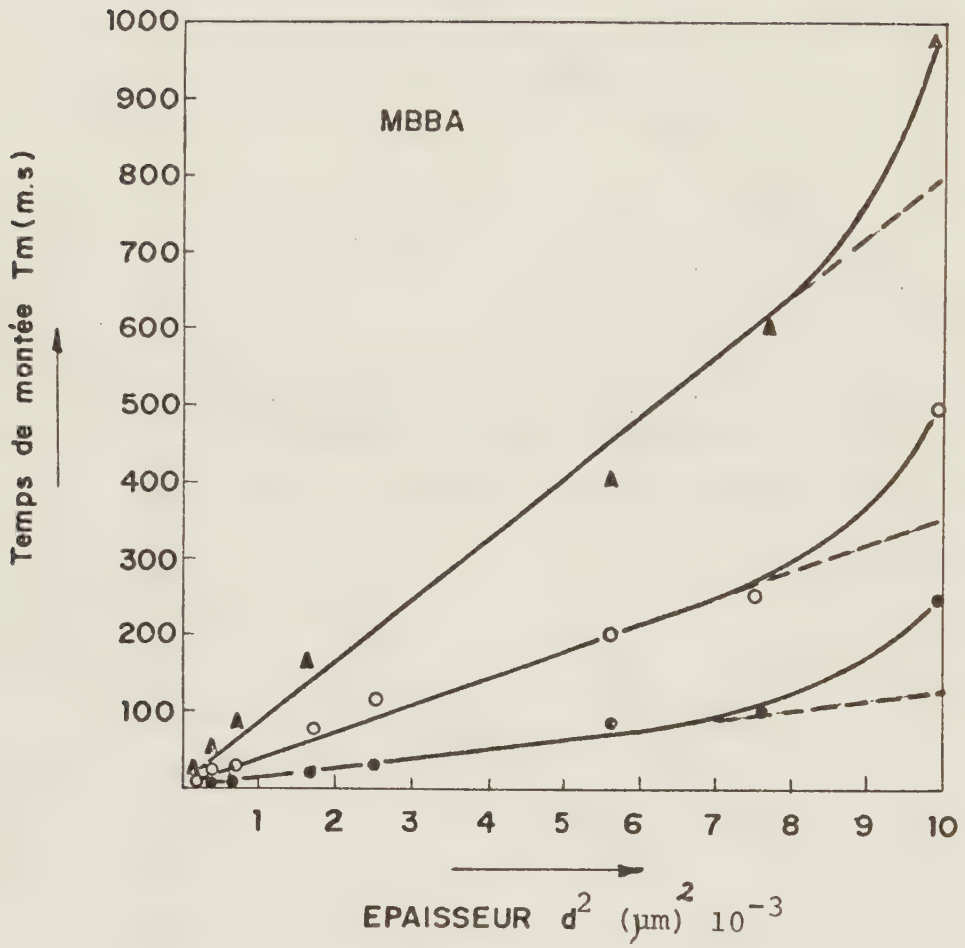


Fig. VI.11. :

Variation du temps de montée en fonction du carré de l'épaisseur.

Les points expérimentaux sont donnés pour différentes tensions : V = 30 (▲) - 50 (o) - 80 (●) volts.

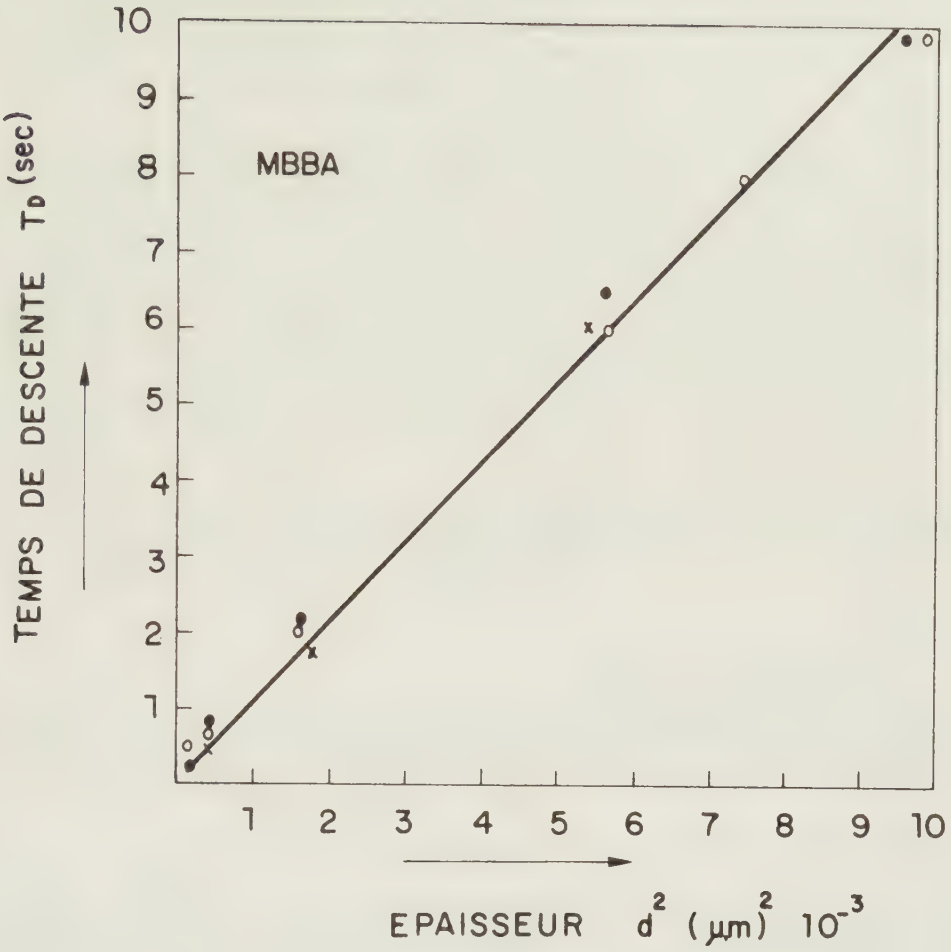


Fig. VI.12 : Variation du temps de descente en fonction du carré de l'épaisseur, pour différentes valeurs de la tension d'excitation. V = 20 (+) - 30 (0) - 50 (●) VOLTS.

La figure (VI.9,10) montre la droite obtenue en fonction de (V^{-2}). La relation est tout à fait linéaire pour de minces épaisseurs et à forte épaisseur elle reste toujours à peu près linéaire mais avec de légères fluctuations.

Ce temps est en général assez long ; il atteint une valeur de l'ordre de quelques millisecondes si la tension appliquée est élevée et l'épaisseur de la cellule très mince. Ce temps est limité inférieurement malgré l'augmentation de la tension. Cette limitation a été expliquée par Heilmeier (13) qui l'attribue au nombre des ions et à leur vitesse de déplacement. Une possibilité de réduction du temps de montée serait donc d'agir sur le nombre des ions, mais nous n'avons pas étudié l'influence de ce paramètre. En fonction de l'épaisseur et en fixant la tension appliquée, le temps de montée est proportionnel à d^2 comme le montre la figure (VI.11). La variation est linéaire en fonction de d^2 jusqu'à une épaisseur de l'ordre de 80 µm, au dessus de laquelle le temps s'accroît plus vite. Donc pour avoir un temps de montée rapide, il faut d'abord utiliser une couche de cristal liquide très mince.

- le temps de descente

Malgré l'indépendance théorique de ce temps en fonction de la tension : $T_d = \gamma / Kq^2$ où γ est la viscosité

K l'élasticité

$q = \pi / d$

nous avons remarqué qu'elle a une certaine influence, notamment pour les fortes épaisseurs ; mais pour de faibles épaisseurs le temps de descente reste constant (cf. Fig. VI.6).

Les courbes expérimentales donnant le temps de descente T_d en fonction de l'épaisseur sont présentées sur la figure (VI.7) ; on voit que les courbes relatives aux différentes tensions d'adressage sont confondues. Nous les avons également tracées en portant en absisses le carré de l'épaisseur comme le montrent les figures (VI.12). Ceci nous permet de déduire que le temps de descente est proportionnel au carré de l'épaisseur. Ce résultat est analogue à celui qui est obtenu pour le temps de montée.

VI.2.1.4. - Conclusion

Les mesures expérimentales obtenues, nous ont permis de constater que par rapport au but recherché le temps de réponse est en général trop lent pour le temps montée et trop court pour la décroissance.

Il semble donc difficile d'obtenir un rapport suffisant entre eux ; certains des paramètres qui améliorent l'un conduisent en même temps à une dégradation de l'autre : par exemple l'épaisseur, ou bien la viscosité influe sur les deux temps à la fois. Par contre le champ influe seulement sur T_m, mais cette influence

est limitée car le temps de montée reste encore de l'ordre de quelques millisecondes pour des tensions : V > 150 volts, trop élevées pour être mise en oeuvre facilement. D'autre part, celà rend la commande matricielle impossible, car l'influence des impulsions parasites serait trop forte.

En fait nous nous sommes intéressés, particulièrement, au rapport T_d/T_m, qui doit être très supérieur à 1000, et ceci est loin d'être réalisable dans ces conditions, par l'effet de diffusion dynamique sur nématique. Car dans les meilleures conditions, selon nos résultats, nous sommes arrivés à obtenir un rapport de l'ordre quelques centaines, et d'autre part le temps de montée correspondant à ce dernier rapport est élevé, si bien que le temps de balayage de l'écran serait trop long. L'ensemble des résultats expérimentaux, en particulier le rôle de l'épaisseur sur le temps de montée, nous permettent de déduire le grand intérêt d'utiliser désormais des couches très minces.

VI.2.2. - Temps de réponse dans les mélanges cholestériques-nématiques

Le temps de réponse est l'un des paramètres les plus importants pour l'application envisagée. Il est nécessaire d'avoir un temps de montée aussi court que possible et, à la descente, soit une rémanence longue, soit un effet de mémoire. Nous avons donc cherché, dans cette partie, à déterminer les conditions permettant d'obtenir les meilleures performances dans ce domaine.

Le résultat obtenu sur la phase nématique nous permet de déduire qu'il est préférable d'utiliser des couches très minces de cristal liquide pour optimiser le temps de montée ; nous avons réalisé des couches de l'ordre de 6 µm, que nous pouvons obtenir avec une bonne homogénéité d'épaisseur et en restant à l'abri de l'influence des impuretés et des poussières qui peuvent être introduites dans le volume et sur les surfaces. Il semblerait difficile de diminuer davantage l'épaisseur, d'une part pour des raisons technologiques, et d'autre part parce que le niveau de diffusion optique risquerait de décroître.

Les structures cholestériques examinées sont constituées de deux configurations fondamentales : la structure cholestérique planaire dont l'axe hélicoïdal est perpendiculaire aux parois et parallèle au champ électrique appliqué, et la structure dite cholestérique basculée dans laquelle l'alignement est homéotrope le long des parois sous l'effet d'un surfactant. L'anisotropie diélectrique dans les deux cas est négative. L'excitation se fait par un champ électrique à basse fréquence $f < f_c$ où f_c est la fréquence de relaxation des charges. La surface utile, au croisement des électrodes, est comprise entre 1 et 4 mm2.

Nous nous sommes contentés de présenter ici des mesures effectuées sur quelques types de mélanges du fait que des résultats comparables ont été obtenus sur les différents mélanges avec de légères différences sur les valeurs numériques. Nous avons pris nos mesures à une température comprise entre 25° C et 26° C.

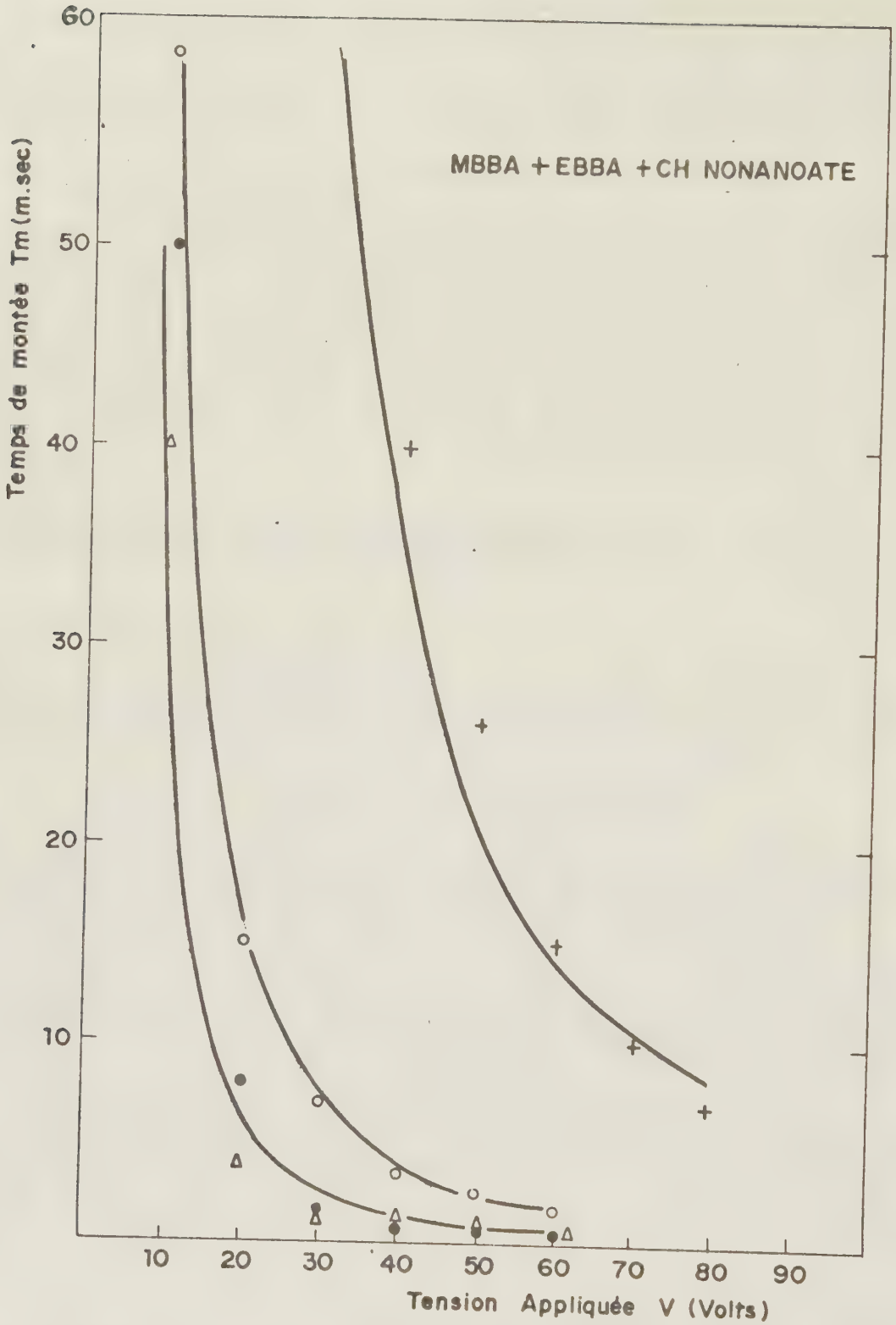


Fig. VI.13.A.

Variation du temps de montée en fonction de la tension appliquée. Les points expérimentaux sont donnés pour différentes concentrations en cholestérique : 1(o) - 2(•) - 10(+) % dont les pas sont : P = 19,5 (o) - 10,5 (•) - 4,4 (Δ) - <2 (+) µm.

Fréquence du signal f = 100 Hz, Temps d'excitation t_a = 100 m sec, Température θ = 25° à 26° C, Surface examinée S = 4 mm^2.

Les courbes correspondent à la relation : $T_m \propto \frac{1}{V2 - V_o^2}$.

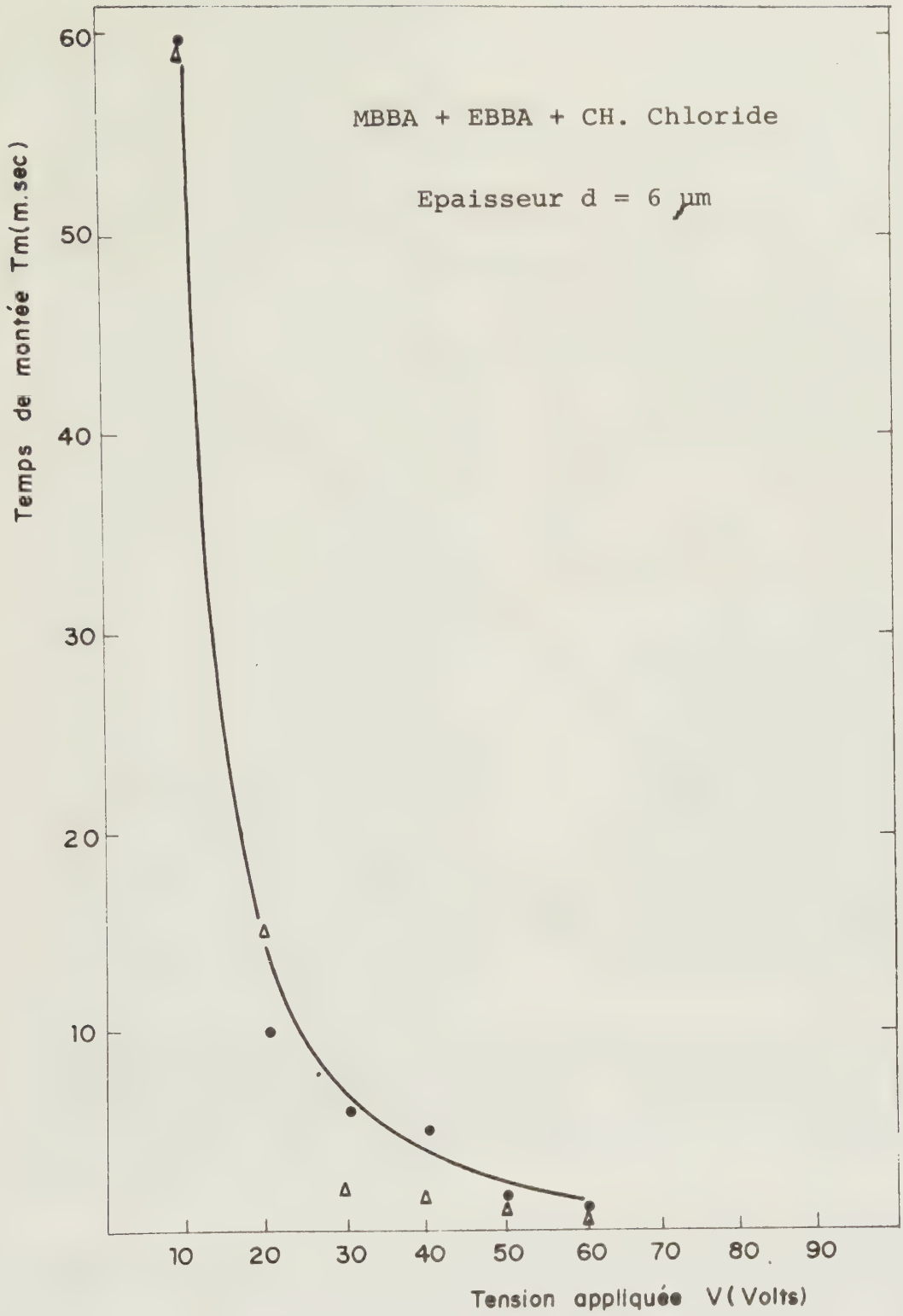


Fig. VI 13.B. :
Variation du temps de montée en fonction de la tension appliquée. Les points expérimentaux sont donnés pour différentes concentrations en cholestérique : 2(●) - 5(▲) % dont les pas sont : P = 9,8(●) - 5,2(▲) µm.
Fréquence du signal f = 100 Hz, Temps d'excitation t_a = 100 ms,
Température θ = 25° à 26°C, surface du cristal liquide examinée S = 4 mm^2
La courbe en plein trait est théorique qui correspond à la relation
$T_m \propto \frac{1}{V^2 - V_o^2}$.

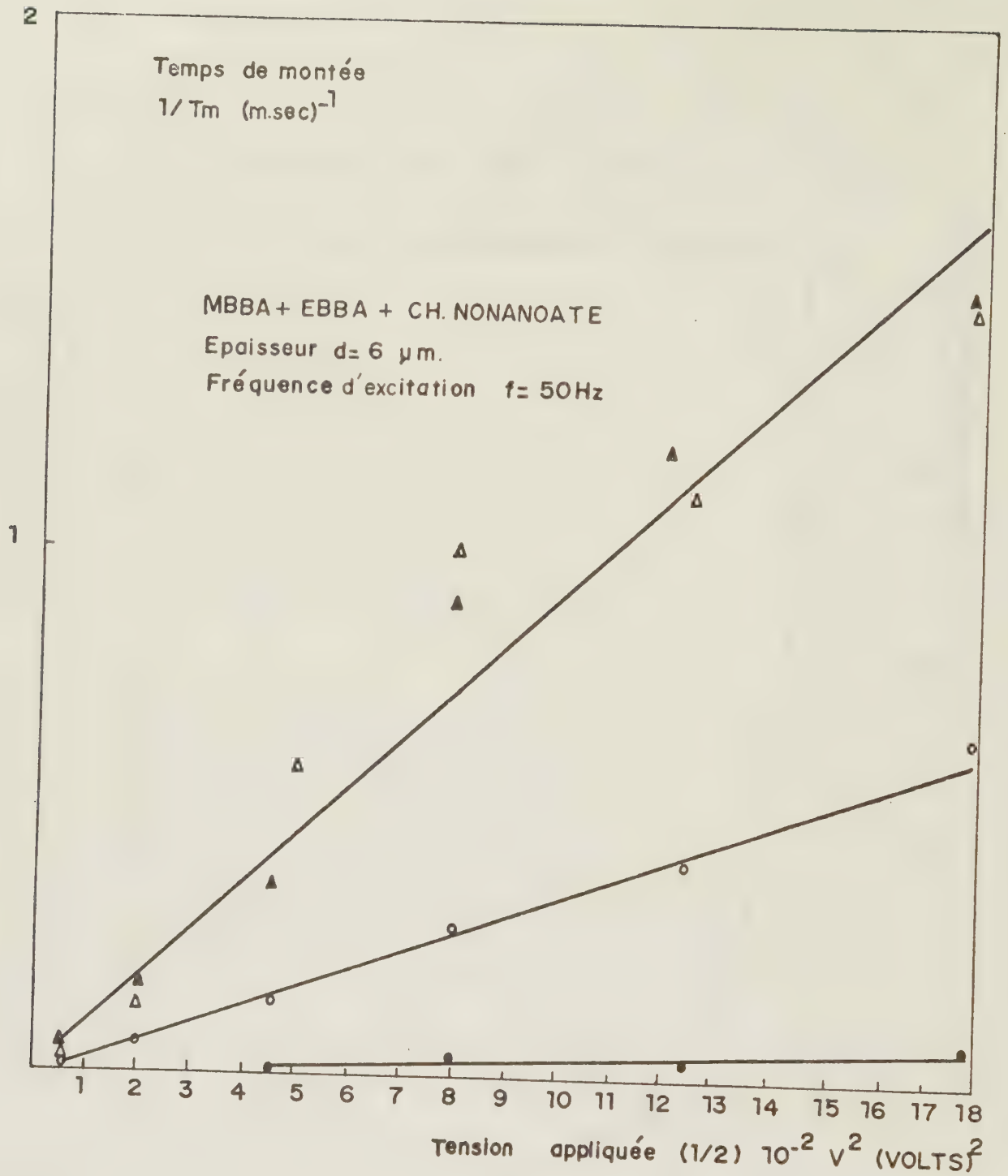


Fig. VI.14. :

Variation de l'inverse du temps de montée en fonction du carré de tension.

Les points expérimentaux sont donnés pour différentes concentrations en cholestérique : 1 (o) - 2 (△) - 5 (▲) - 50 (●) % dont les pas P = 19,5 (o) - 10,5 (△) - 4,4 (▲) - <2 (●) µm.

Les droites en traits pleins correspondent aux prévisions théoriques fournies par la relation : $1/T_m \sim V^2 - V_o^2$

Température Θ = 25° à 26° C.

Dans cette partie, nous allons comparer le temps de réponse dans les deux cas d'orientation, celle de la structure cholestérique basculée et celle de la structure planaire ; nous avons utilisé dans cette comparaison des conditions identiques : pas, épaisseur, fréquence, temps d'excitation, température, et surface étudiée.

VI.2.2.1. - Temps de montée : structure homéotrope

Le temps de montée est défini par le temps nécessaire pour que le niveau de diffusion atteigne 90 % du niveau de la saturation. La figure VI.13 présente des courbes expérimentales donnant la variation de ce temps en fonction de la tension appliquée, les mesures sont prises pour différentes valeurs du pas et différents produits ; le temps de montée est long auprès du seuil, il diminue rapidement lorsque la tension s'accroît de quelques volts ; ensuite il continue à décroître de plus en plus lentement et tends asymptotiquement vers zéro.

Nous avons pu obtenir un temps inférieur à une milliseconde pour des tensions comprises entre 40 et 60 volts.

Dans la figure précédente, on remarque un phénomène important, c'est que le temps de montée peut atteindre des valeurs minimales pour certaines concentrations en cholestérique : de 2 à 5 % (cf. Fig. VI.13.A) ; en fait, cet intervalle de concentration correspond à un rapport **d**/P entre l'épaisseur du cristal liquide et le pas compris entre 1 et 3 ; dans cette gamme, en effet, nous avons déjà remarqué, au chapitre précédent (cf. V.2.3), que la remanence ou plutôt l'effet mémoire (le niveau de diffusion de la lumière par rapport au niveau de diffusion de l'état initial en absence du champ) a été la meilleure.

L'aspect général de la variation de ce temps en fonction de la tension, dans le cas du mélange cholestérique-nématique, est comparable à celui qui est obtenu pour le nématique pur. D'autre part, nous avons remarqué que le temps de montée dans le cas du mélange est plus court que celui du nématique pur, pour une même tension.

Sur la figure VI.14, les courbes expérimentales déjà présentées sur la figure VI.13 sont tracées en reportant l'inverse du temps de montée en fonction du carré de la tension, on voit que la variation obtenue est linéaire : $1/T_m \sim V^2 - V_o^2$; cette relation est semblable à celle déjà observée dans le cas du nématique pur.

Les courbes de diffusion de la lumière en fonction du temps (réponse optique en régime transitoire lors de la montée) sont présentées sur la figure VI.15, pour différentes cellules.

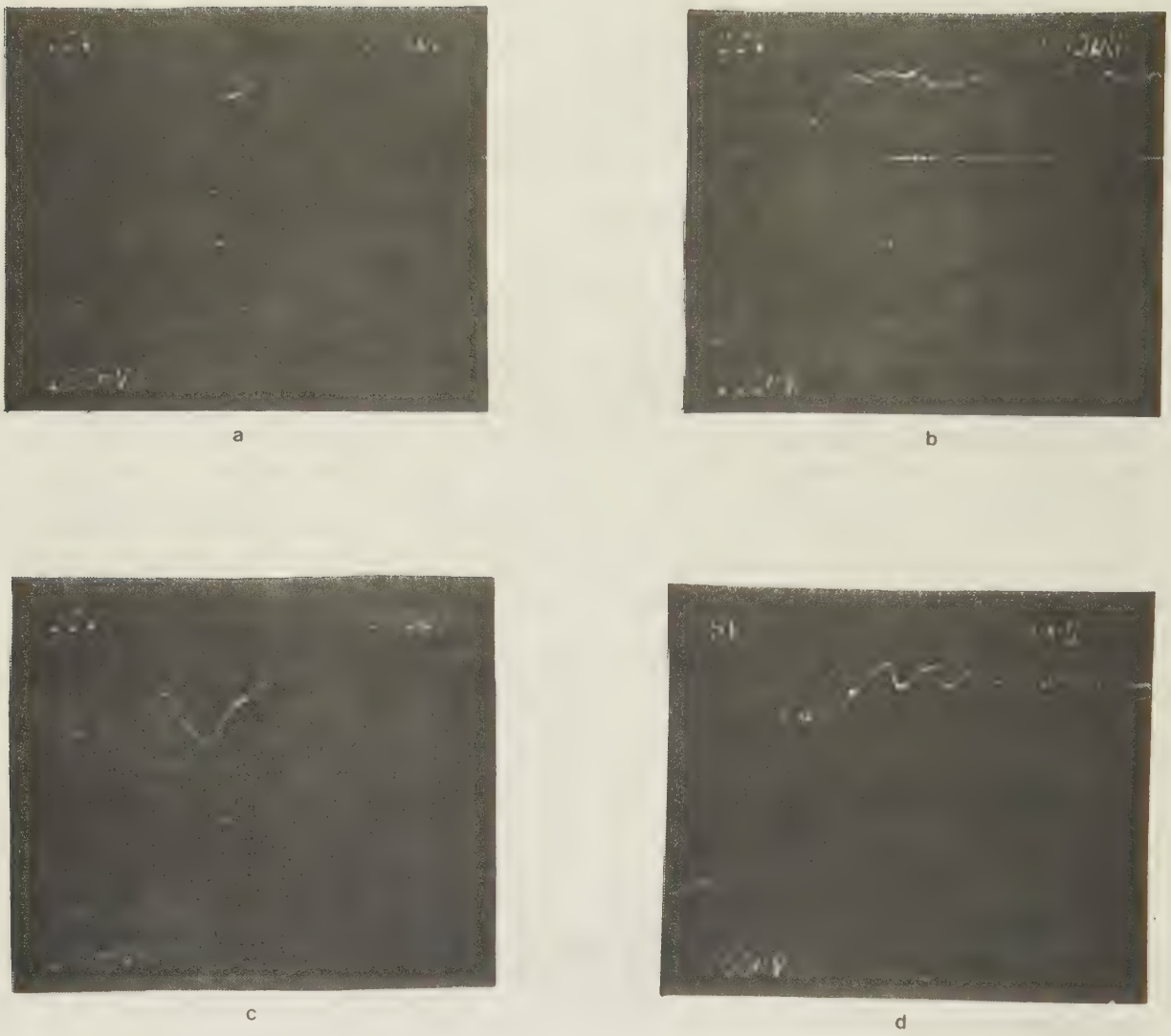


Fig VI.15 : Réponse optique en régime transitoire lors de la montée en fonction du temps. Observation d'irrégularité de signal optique coïncidant avec les changements de polarité de la tension.

a - Le cristal liquide utilisé est un mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de ch. (2 %) où le pas : P = 10,5 µm, dont la structure est homéotrope.
Tension appliquée V = 50 volts, Fréquence f = 100 HZ.

b - Mêmes conditions, mais avec P = 4,4 µm ou C = 5 %.

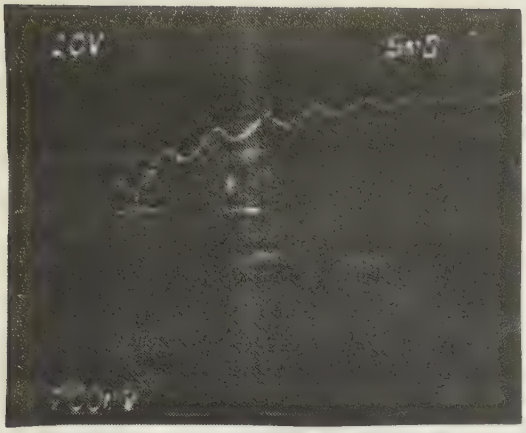
c - Mêmes conditions, mais avec un pas différent P = 3,7 µm où la concentration en cholestérique C = 8 %.

d - La structure est planaire dont la concentration en cholestérique est 5 % où le pas p = 4,4 µm, V = 30 volts, f = 100 HZ.

a

(a)

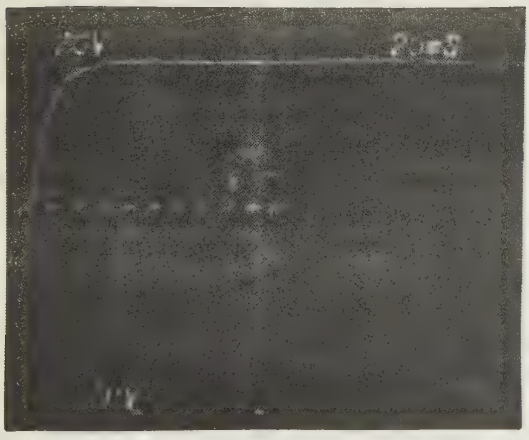
Tension appliquée V = 40 volts
Fréquence d'excitation f = 100 HZ
Temps d'excitation t_a = 100 m. sec.
- Echelle horizontale 20 m.s/div.
- Echelle verticale 10v/div.
Niveaux de diffusion est arbitraire.



b

(b)

Même condition, mais avec une base du temps différente.
- Echelle horizontale = 5 m.s/div.
- Echelle verticale = 10 v/div et niveau de diffusion arbitraire.



c

(c)

Tension appliquée V = 80 volts
Fréquence f = 100 HZ.
Temps d'excitation = 100 m. sec.
- Echelle horizontale 10 m. sec/div.
- Echelle verticale 20 volts/div.
Niveau de diffusion arbitraire.

Fig. VI.16 : Réponse optique en régime transitoire ; au cours de la montée, le signal optique montre des petits oscillations à une fréquence double de celle du signal électrique appliqué. Le cristal liquide est un mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (10 %), dont le pas P = 2 µm, la température θ = 25° à 26° C.

La courbe a) montre la montée régulière du niveau de diffusion, puis sa stabilisation ; le temps de montée est beaucoup plus court que la période du signal d'excitation, si bien que le cristal liquide est en fait soumis à une tension continue pendant toute la durée de la transition. Les courbes suivantes montrent l'effet du changement de polarité à chaque alternance du signal d'excitation. Il se produit une retombée du niveau de diffusion qui reste très faible lorsqu'elle a lieu après l'établissement d'un régime stable (courbe b), mais qui apparait très nettement lorsqu'elle a lieu pendant la transition (courbe c et d) ;
sur la courbe d), où le temps de montée est supérieur à la période du signal, on voit que les oscillations, de fréquence double de la fréquence d'excitation, sont assez fortes pendant la transition et décroissent ensuite. Les oscillations apparaissent également sur les courbes de la figure VI.16.

Cet effet peut disparaître si le temps de montée est inférieur à la demie période du signal électrique, c'est-à-dire si l'état de saturation de la diffusion est atteint avant le premier changement de polarité. Ce résultat peut être obtenu soit en appliquant un champ très élevé pour lequel le temps de montée est très rapide, soit en choisissant une période longue pour le signal d'excitation.

VI.2.2.2. - Temps de montée : structure planaire

Nous avons mesuré le temps de montée dans le cas du mélange cholestérique-nématique dont la structure est planaire et où l'axe hélicoïdal est perpendiculaire aux parois, le champ électrique étant appliqué parallèlement à l'axe hélicoïdal. Nos mesures sont présentées sur la figure VI.17 qui montre la variation du temps de montée en fonction de la tension appliquée. Pour des tensions voisines du seuil, le temps est élevé, il diminue rapidement lorsque la tension s'accroît de quelques volts ; ensuite il diminue lentement pour des tensions plus élevées.

La figure VI.17 permet de comparer la structure planaire et la structure à alignement homéotrope le long des parois ; elle montre la variation du temps de montée en fonction de la tension dans les deux cas : on voit très clairement, dans les mêmes conditions de mesure, que le temps de montée, dans le cas de la structure homéotrope, est nettement plus court que dans le cas de la structure planaire.

En reportant l'inverse du temps de montée en fonction du carré de la tension : $1/T_m \sim 1/V^2 - V_o^2$, on voit que cette variation est linéaire comme dans le cas de la structure homéotrope (cf. Fig. VI.14).

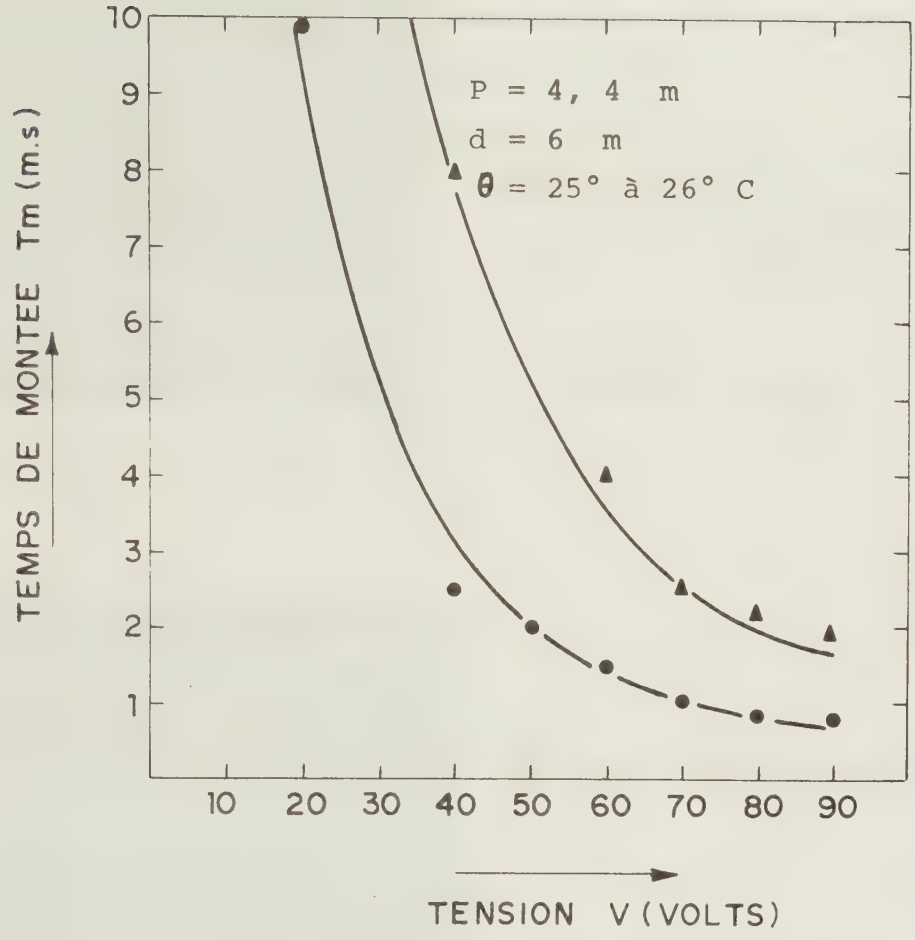


Fig. VI.17 : Courbes expérimentales donnant la variation du temps de montée en fonction de la tension appliquée, pour deux cas d'orientation.

● — — — — —alignement homéotrope le long des parois

▲ — — — — —structure planaire

Mélange utilisé : MBBA + EBBA + NONANOATE DE CH.

La surface du cristal liquide examinée est S = 1,5 x 1,5 cm^2.

Les courbes en trait pleins correspondent aux prévision théorique donnant la relation : $Tm \propto 1/V^2 - V_o^2$

Les points indiquent les mesures expérimentales.

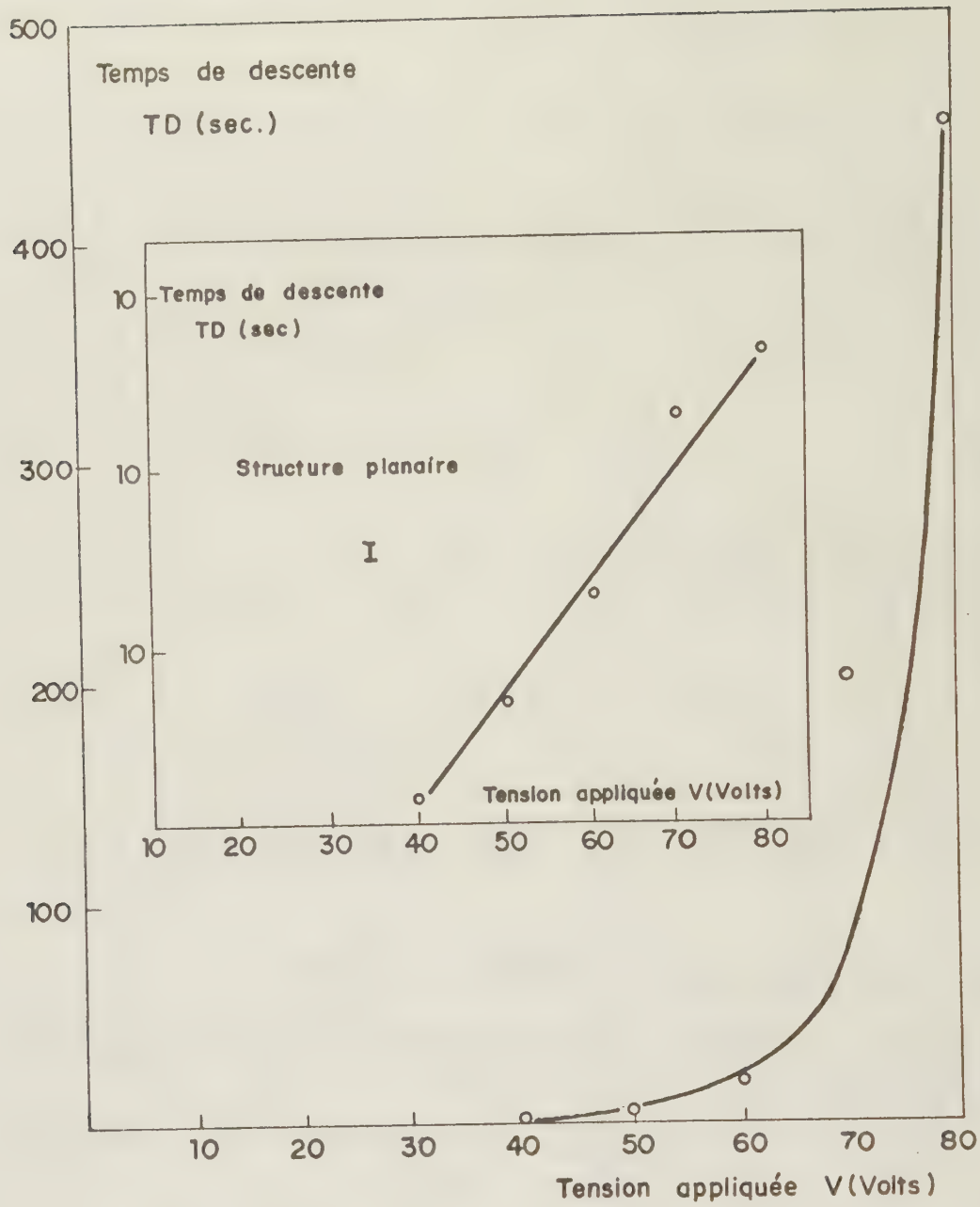


Fig. VI.18. :

Variation du temps de descente en fonction de la tension appliquée.

Cette variation se montre linéaire en échelle semi-logarithmique

- Partie I

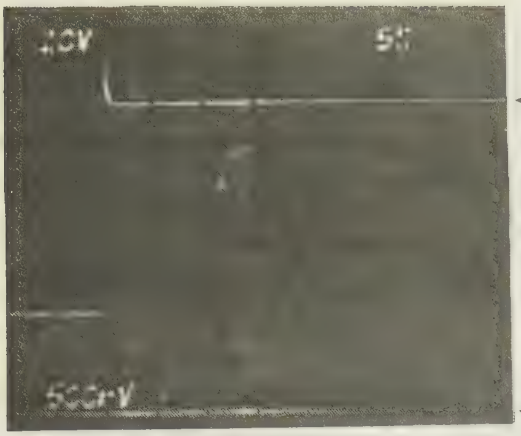
Le cristal liquide utilisé est un mélange :

MBBA + EBBA + CH. NONANOATE (5 %)

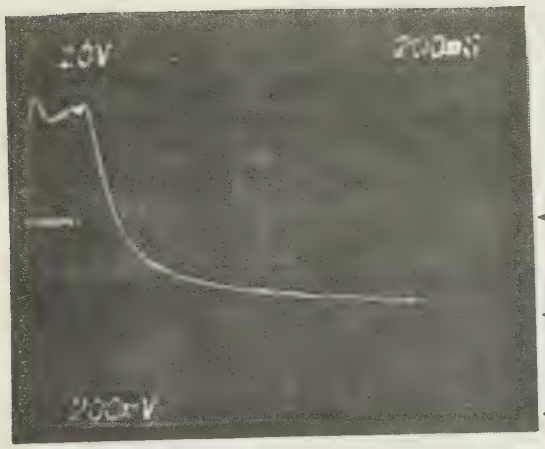
dont le pas P = 4,4 µm. Epaisseur : d = 6 µm.

Température : θ = 25° à 26° C.

La structure est planaire.



a



b

Fig VI.19 : Temps de descente dans les mélanges cholestériques-nématiques, pour deux alignements différents :

a) alignement homéotrope le long des parois

b) alignement planaire

La structure a présente l'effet mémoire (diffusion-statique)

La structure b revient à l'état initial en un temps de l'ordre de seconde.

Tension V = 40 volts, Temps d'excitation t_a = 100 ms, Température de 25° à 26° C.
Mélange de MBBA + EBBA + Nonanoate CH. (5 %).

VI.2.2.3. - Temps de descente : cas du mélange cholestérique-nématique

Dans les cristaux liquides nématiques, nous avons vu que le retour à l'état initial s'effectue selon une loi sensiblement exponentielle, ce qui permet de définir un temps de descente caractéristique. Par contre, dans les mélanges cholestériques-nématiques, les phénomènes sont en général plus complexes, en raison des effets de rémanence et de mémoire.

On observe ainsi d'abord une décroissance rapide mais limitée, suivie soit d'une décroissance plus lente (rémanence), dont la durée peut varier de quelques secondes à plusieurs jours, soit une stabilisation dans un état diffusant différent de l'état initial (effet de mémoire). Ces phénomènes ont déjà été décrits dans le chapitre V.2.3 et 4.

- Dans le cas de la structure basculée (homéotrope le long des parois), il est donc nécessaire de définir d'abord ce que l'on veut mesurer. Nous avons choisi comme paramètre caractéristique le temps de décroissance initiale rapide vers un état de diffusion statique stable (effet mémoire) ou vers un état revenant lentement à l'état initial (rémanence).
Ce temps dépend fortement de la tension d'excitation et du pas du mélange.

Dans le cas de la rémanence, on peut également définir un deuxième temps caractéristique, le temps de rémanence, c'est-à-dire le temps de retour à l'état initial après la première décroissance rapide ; en fait nous nous sommes principalement intéressés aux mélanges présentant l'effet mémoire proprement dit, dont le temps de rémanence peut être considéré comme "infini", c'est-à-dire que le retour à l'état initial n'a pas lieu, ou a lieu en un temps beaucoup plus long que la durée d'observation.

- Dans le cas de la structure planaire, nous avons toujours observé un retour à l'état initial, après la suppression de la tension, sans qu'il y ait ambiguité sur le temps de retour ; nos mesures définissant ce temps, sont prises au niveau de diffusion de 10 % par rapport au niveau maximum atteint. La figure VI.18 présente la variation de ce temps en fonction de la tension ; elle montre que ce temps commence à être élevé à partir d'une certaine tension, et atteint enfin une valeur de l'ordre de quelques centaines de secondes pour une tension de l'ordre de 80 volts. La figure précédente montre également que la variation de ce temps en fonction de la tension est linéaire sur une échelle semi-logarithmique.

A titre de comparaison, nous présentons sur la ligne VI.19 le temps de descente dans les deux structures précédentes où la première présente l'effet mémoire, dont le niveau de diffusion statique, obtenu après la suppression du champ, est stable, et où la deuxième structure présente un retour exponentiel à l'état initial dont le temps de descente est de l'ordre de 1,5 secondes. Pour la comparaison nous avons utilisé le même mélange, la même tension, et la même durée d'excitation.

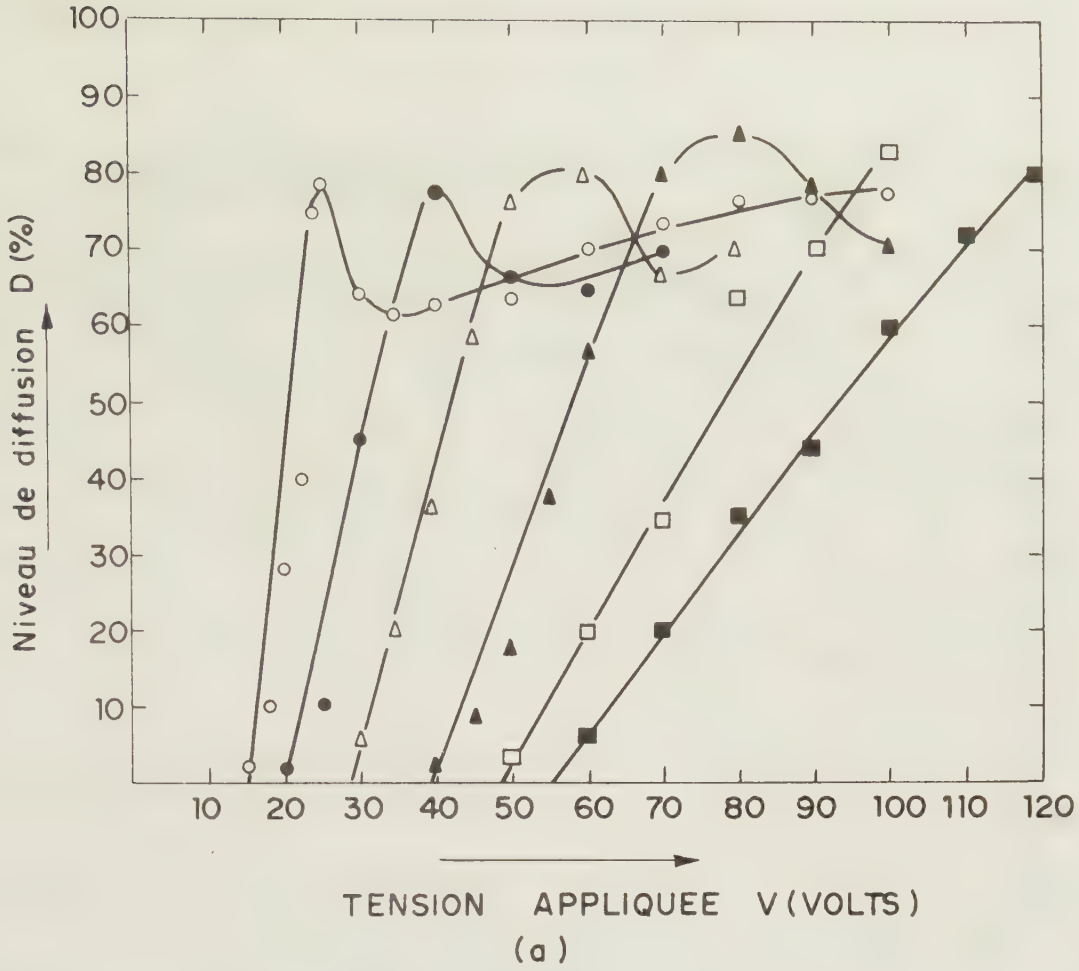


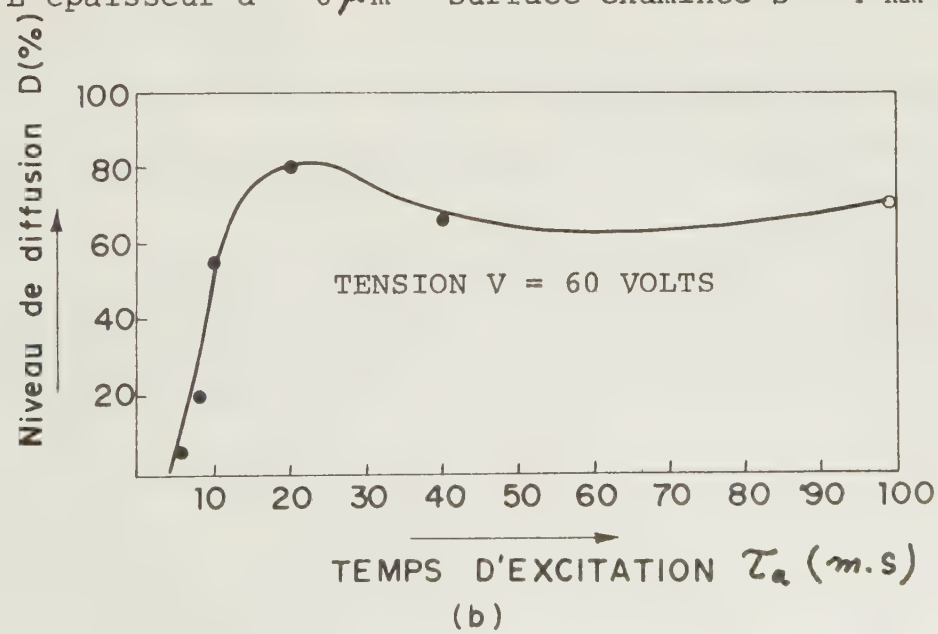
Fig. VI.20 : Diffusion mémorisée en fonction de la tension appliquée. Les points expérimentaux correspondent aux différents temps d'excitation :

ta = 100 (o) - 40 (●) - 20 (△) - 10 (▲) - 8 (□) - 6 (■) ms.

Le mélange est de MBBA + EBBA + CH.NONANOATE (5 %)

Le pas est P = 4, 4 µm.

L'épaisseur d = 6 µm - Surface examinée S = 4 mm² - θ = 25° à 26° C.



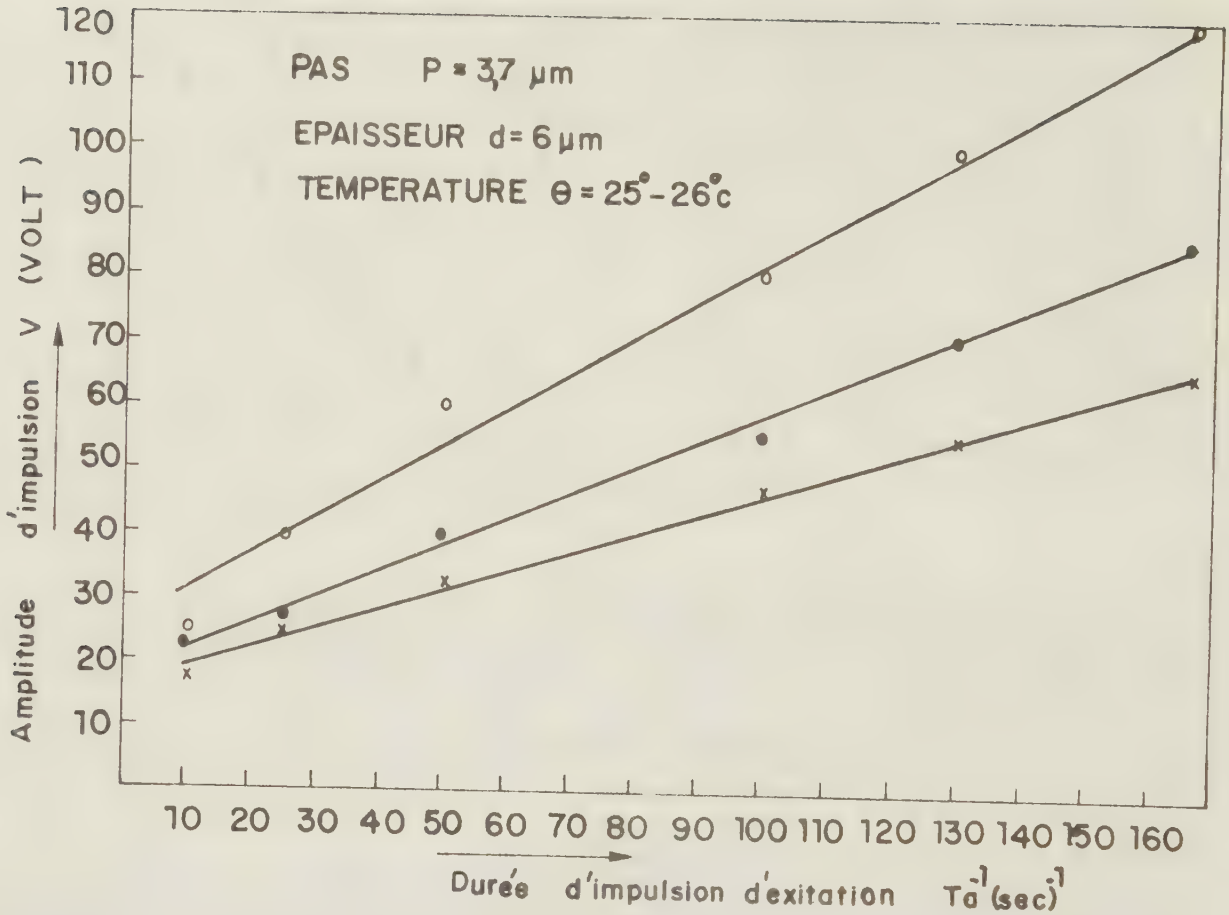


Fig. VI.21. :

Variation de l'amplitude des impulsions en fonction deleur durée pour un niveau de diffusion donné.

Les points expérimentaux correspondent aux différents niveaux de diffusion :

D = 80 (o) - 40 (●) - 10 (+) % .

La droite en traits pleins correspond à une relation linéaire de la forme: $t_a \sim 1/(v - v_0)$

VI.3. - Dépendance du niveau de diffusion en fonction du temps d'excitation

Le temps d'excitation nécessaire pour atteindre un niveau de diffusion suffisant est un paramètre important pour les applications, et en particulier pour celle que nous envisageons.

Nos mesures de la variation du niveau de diffusion en fonction de la tension, pour différentes durées d'excitation, sont présentées dans la figure VI.20. On remarque que la courbe se déplace vers la droite lorsque le temps d'excitation décroît, c'est-à-dire que la tension nécessaire pour atteindre un même niveau de diffusion augmente. Donc, pour un temps t_a élevé, de 100 ms par exemple, une tension de l'ordre de 20 volts sera suffisante pour obtenir un niveau de l'ordre de 80 % de diffusion de la lumière incidente. Par contre, pour un temps t_a de 6 ms, la tension remonte à 120 volts pour le même niveau de diffusion.

Ce facteur étant très important, nous l'avons étudié en détail pour différentes concentrations et pour plusieurs produits ; les résultats de cette étude seront présentés plus loin.

Dans la figure VI.20.b nous avons donné la courbe expérimentale avec l'aspect général de la variation du niveau de diffusion en fonction du temps d'excitation pour une tension donnée. On voit qu'il monte rapidement au départ pour atteindre une valeur maximum, et se stabilise ensuite sur des valeurs légèrement moins élevées ; la durée d'excitation correspondant à ce maximum dépend de la tension choisie.

VI.4. - Relation entre l'amplitude et la durée de l'impulsion d'excitation pour un niveau de diffusion donné.

Nous avons indiqué précédemment, au chapitre III, que le signal utilisé pour l'excitation est formée d'impulsions rectangulaires alternatives. Pour une durée d'excitation donnée, on peut faire varier la fréquence de ces impulsions ; on constate alors que la tension nécessaire est une fonction croissante de la fréquence, la variation étant lente à basse fréquence, plus rapide lorsqu'on s'approche de la fréquence f_c de relaxation des charges. Pour une durée donnée, la tension d'excitation nécessaire est donc minimale pour la fréquence la plus basse, c'est-à-dire lorsque la période est égale à la durée de l'impulsion. Nous nous sommes donc placées dans ce cas pour nos mesures.

La figure VI.21 montre, pour différents niveaux de diffusion, la dépendance de la tension en fonction de la durée des impulsions. Les courbes obtenues en reportant en abcisse l'inverse $1/T_a$ de la durée sont des droites, ce qui correspond à une relation de la forme $t_a \sim 1/(v-v_o)$.

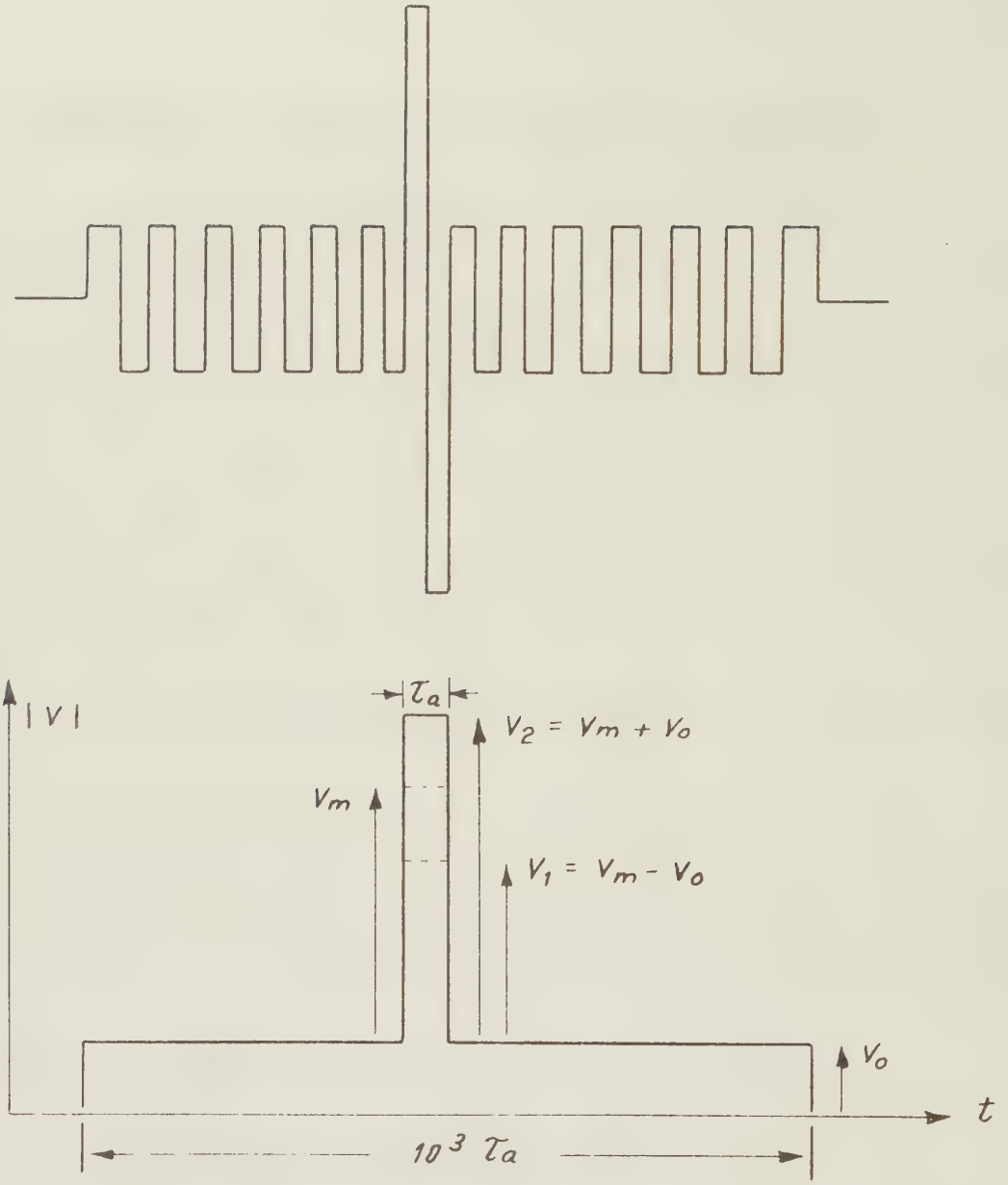


Fig. VI.22 : Schéma sympolique représentant les tensions de commande imposées sur un élément matriciel en fonction du temps.

V_m Tension appliquée sur les lignes

V_o Tension appliquée sur les lignes

V_1 Tension d'écriture définie par coïncidence d'impulsions électriques sur les électrodes de ligne et de colonne, dans le cas où elles sont en oppositions de phase.

V_2 Dans le cas où elles sont en phase.

Temps d'adressage d'une ligne.

VI.5. - Méthode de mesures et caractérisation des performances

Afin d'évaluer les caractéristiques et les performances d'un écran matriciel utilisant l'effet mémoire, nous avons réalisé plusieurs cellules comportant sur chaque paroi un réseau de quelques électrodes, les deux réseaux étant orthogonaux, l'un horizontal (lignes) et l'autre vertical (colonnes) ; chaque croîs ement d'une électrode de ligne et d'une électrode de colonne constitue un élément d'image identique à celui d'un écran de grande dimension. L'épaisseur du cristal liquide est fixée à la valeur de 6 micromètres. Nous avons utilisé des mélanges cholestériques-nématiques dont les taux de concentrations sont fixés en fonction des résultats expérimentaux présentés au chapitre IV. Les surfaces des éléments matriciels sont comprises entre 1 et 4 mm2.

Les éléments matriciels sont adressés par coïncidence d'impulsions électriques sur les électrodes de ligne et de colonne ; l'adressage se fait ligne par ligne par balayage séquentiel, et les signaux d'inscription ou de non inscription des différents points d'une ligne sont appliqués simultanément en parallèle sur toutes les colonnes : on applique sur une électrode de ligne une tension centrale V_m, les autres électrodes de ligne restant au potentiel zéro ; on applique, en même temps, les tensions $\pm V_o$ sur les colonnes ; chaque élément matriciel est donc soumis successivement au cours de l'adressage aux tensions suivantes :

- une tension $\pm V_o$ pendant l'adressage des lignes précédentes.
- une impulsion de tension $V_1 = V_m - V_o$ ou $V_2 = V_m + V_o$ pendant l'adressage de sa ligne.
- une tension $\pm V_o$ pendant l'adressage des lignes suivantes.

La figure VI.22 montre le schéma symbolique des tensions de commande ; $+ V_o$ est en phase avec V_m donnant V_2 ; $- V_o$ est en opposition de phase avec V_m donnant V_1.

La tension V_2 doit être suffisante pour rendre diffusant le cristal liquide, tandis que la tension V_1 ne l'est pas. La tension V_o, qui est appliquée pendant la durée de l'adressage, ne doit pas rendre diffusant le cristal liquide.

Par ailleurs les niveaux de diffusions correspondant aux tensions V_1 et V_2, doivent être suffisamment écartés pour assurer un bon contraste. Nous avons constaté que lorsque la différence entre les niveaux de diffusion, induits à partir de V_1 et V_2, est égale ou supérieure à 50 %, le contraste est bien visible et nous nous sommes donc fixés cette valeur comme premier objectif.

Il est d'autre part nécessaire que le niveau de diffusion atteint soit le même pour les éléments de la première ligne adressée et pour ceux de la dernière.

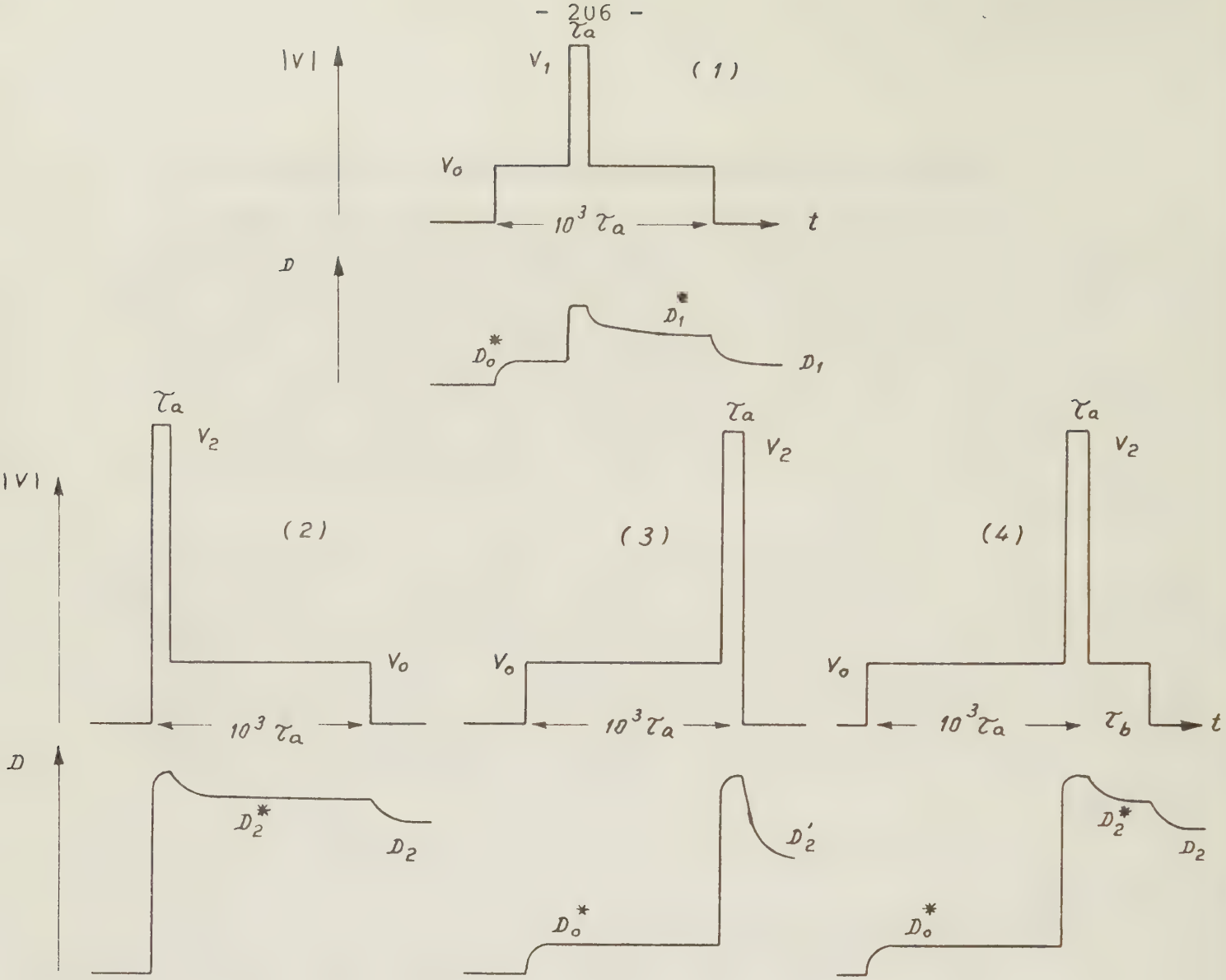


Fig VI.23 : Schéma sympolique représentant le procédé de commandement effectué sur la première et dernière ligne.

V_o Tension appliquée sur les colonnes.

$V_1 = V_m - V_o$ où V_m est la tension appliquée sur les lignes (1)

$V_2 = V_m + V_o$ (2 à 4).

τ_a = Temps d'adressage d'une ligne.

D_1 est le niveau de diffusion qui dû à la présence de V_o (1 à 4)

D_1 est le niveau de diffusion au cours de l'écriture (1)

D_1 est le niveau de diffusion après la coupure de la tension V_o (1)

D_2 est le niveau de diffusion-statique au cours de l'écriture (2 et 4).

D_2 est le niveau de diffusion-statique après la coupure de la tension V_o pour la première ligne (2).

D_2 est le niveau de diffusion-statique après la coupure de la tension V_o pour la dernière ligne (3).

représente le temps de retard de l'application de V_o.

Les autres paramètres tels que la fréquence d'excitation f_e, le temps d'excitation et le nombre d'impulsions répétées, jouent un rôle important pour optimiser le contraste et le temps d'adressage.

VI.5.1. - Le processus des mesures

On fixe le temps d'adressage t_a de chaque ligne et la fréquence f_e du signal ; le plus souvent, la fréquence optimale est la plus basse, c'est-à-dire telle que $f = 1/t_a$. t_a est de l'ordre de quelques millisecondes à une dizaine de millisecondes.

On détermine ensuite la tension V_o ; il faut la prendre la plus élevée possible, puisque la différence $V_2 - V_1$ entre les impulsions d'écriture et de non écriture est égale à $2 V_o$, et doit être aussi élevée que possible pour obtenir un bon contraste ; il faut d'autre part que l'application de la tension V_o pendant toute la durée d'adressage ne conduise à aucun effet de mémoire. En pratique, la tension V_o est choisie à un niveau voisin du seuil de diffusion dynamique, conduisant, pendant la durée de son application, à une diffusion D^*_o de l'ordre de 10 à 20 % ; cette diffusion est due à l'apparition de la structure spiralée que nous avons décrite au chapitre IV.2.1, et dont on sait qu'elle ne conduit jamais à un effet de mémoire.

On détermine enfin la tension V_1 à laquelle seront soumis les éléments non inscrits ; pour cela on applique la tension V_o pendant la durée totale de l'adressage, soit $1000\ t_a$, et à un instant variable au cours de cet intervalle, une impulsion de tension V_1 et de durée t_a ; on choisit la tension maximum qui ne provoque pas d'effet mémoire appréciable, c'est-à-dire telle que le niveau de diffusion D_1 après la fin de l'adressage reste faible, de l'ordre de 10 % au plus. Physiquement, cela signifie que la tension V_1, appliquée pendant une durée brève t_a , n'a pas le temps de détruire totalement la structure spiralée, car cela conduirait à une rémanence très longue ou à un effet de mémoire.

La tension V_2 se trouve maintenant définie à partir de V_0 et V_1 ; en effet, la tension centrale V_m à appliquer sur les lignes est $V_m = V_1 + V_o$, et la tension V_2 est donc $V_2 = V_m + V_o = V_1 + 2 V_o$.

Il reste donc à vérifier qu'une impulsion de tension V_2 conduit à un niveau de diffusion D_2 suffisant ; on applique donc cette tension V_2 pendant une durée t_a, dans les mêmes conditions que la tension V_1, c'est-à-dire à l'intérieur d'un intervalle de temps égal à $1000 t_a$ où la tension V_o est appliquée, et on mesure le niveau de diffusion statique obtenu. sur la figure VI.23 nous présentons le schéma symbolique représentant les signaux de commande V_1 et V_2 appliqués sur les éléments matriciels, ainsi que les niveaux de diffusion correspondants ; la tension V_o, appliquée sur tous les éléments, conduit un niveau de diffusion D^*_o pendant tout le temps d'adressage.

A un certain moment, on applique l'impulsion de tension V_1 de durée égale à t_a , qui conduit à un niveau de diffusion D_1^* au cours de l'écriture ; lorsqu'on coupe la tension V_o, ce niveau passe tout de suite au niveau final D_1 (cf. Fig. VI.23.1).

Nous avons constaté que lorsque l'impulsion de commande est appliquée au début de la période d'adressage (cas des premières lignes de l'écran), le niveau de diffusion statique atteint est parfois plus élevé que lorsque l'impulsion est appliquée en fin d'adressage (cas des dernières lignes).

Nous avons donc effectué les mesures dans le cas le plus défavorable et nous avons obtenu en général des valeurs de D_1 inférieures à 10 %.

La mesure de l'effet des impulsions de tension V_2 se fait de la même façon, mais il est nécessaire de distinguer l'effet d'une impulsion au début de la période d'adressage (premières lignes) et celui d'une impulsion en fin d'adressage (dernière ligne), car le niveau de diffusion atteint est souvent différent.
Sur la première ligne, l'impulsion va produire d'abord un niveau de diffusion très élevé pendant la durée d'excitation t_a, ensuite il tombe au niveau de diffusion un peu moins élevé D_2^* qui se maintient pendant le reste de l'adressage. Lorsqu'on coupe la tension V_o à la fin d'un temps de 1000 t_a, on voit que le niveau de diffusion retombe au niveau final D_2 qui est beaucoup plus élevé que le niveau D_1. Il s'agit d'un effet de mémoire, c'est-à-dire que ce niveau D_2 est stable et durable ; l'élément matriciel est opaque et diffuse fortement la lumière incidente.

Si l'on applique maintenant l'impulsion V_2 sur la dernière ligne, on constate que le niveau final de diffusion obtenu est D_2' ; il est parfois moins élevé que le niveau D_2 (cf. Fig. VI.23.(3)); ceci est dû au fait que pour les éléments matriciels excités de la première ligne, la tension après l'impulsion de commande retombe à un niveau V_o non nul qui se maintient pendant tout le temps d'adressage, tandis que pour les éléments excités de la dernière ligne la tension revient tout de suite à zéro à la fin du balayage. Donc dans le premier cas le niveau de diffusion D_2 aura le temps de se stabiliser, tandis que dans le deuxième cas ce niveau va descendre à une valeur plus faible D_2'. Il en résulte que le niveau de diffusion final n'est pas le même pour la première ligne et pour la dernière.

Pour résoudre ce problème, nous avons pensé à maintenir la tension V_o, après la fin du balayage, pendant un certain temps t_b , qui est de l'ordre de quelques secondes (cf. Fig. VI.23.(4)). Il en résulte que le niveau de diffusion des éléments de la dernière ligne remonte au même niveau que pour les premières lignes.

Etant donné que nous sommes en fait intéressés au contraste, c'est-à-dire à la différence entre les niveaux de diffusion D_2 et D_1 des états excité et non excité, nous cherchons à l'augmenter le plus possible ; en effet, l'adaptation entre les signaux de commande V_o, V_1 et V_2, ainsi que les paramètres, déjà signalés : la fréquence de signal, le temps d'excitation, et la répétition du balayage, jouent un rôle important pour optimiser cette différence.

T A B L E A U I

-/-

Caractéristique de la cellule	MBBA + EBBA + Nonanoate de CH. P = 2 µm d = 6 µm

Caractéristique de la mesure						Résultats de l'écriture			Diffusion au cours de l'écriture			Temps d'adressage	
f_s (HS)	T_a (m.sec)	N	V_o (volts)	V_m (volts)	θ (c)	D_2 (%)	D_2' (%)	D_1 (%)	D_2^* (%)	D_1^* (%)	D_0^* (%)	T_b (sec)	$T = NT_a 10^3 + T_b$ (sec)
100	10	1	15	85	25	82	76	12	90	30	10	0	10
100	10	1	15	65	26	55	40	5	80	35	30	0	10
100	10	2	15	65	26	82	80	10	92	35	30	0	20
125	8	1	20	90	26	80	80	10	85	25	20	0	8
125	8	1	20	80	26	72	72	10	80	25	20	0	8
125	8	2	20	70	26	65	62	10	80	20	20	0	16
125	8	2	20	80	26	80	80	10	90	10	20	0	16
125	10	1	20	80	26	58	58	5	62	7	20	0	10

T A B L E A U I I

-/-

Caractéristique de la cellule	MBBA + EBBA + Nonanoate de CH. P = 3,7 µm d = 6 µm

Caractéristique de la mesure						Résultats de l'écriture			Diffusion au cours de l'écriture			Temps d'adressage	
f_s (HZ)	T_a (m.sec)	N	V_o (volts)	V_m (volts)	θ° (C)	D_2 (%)	D'_2 (%)	D_1 (%)	D^*_2 (%)	D^*_1 (%)	D^*_0 (%)	T_b (sec)	$T = NT_a \times 10^3 + T_b$ (sec)
100	10	1	9	59	23	78	50	10	75	50	20	0	10
100	10	2	9	56	23	75	75	7	77	40	20	0	20
125	8	1	9	65	24	70	45	10	80	30	18	0	8
125	8	2	9	59	24	75	75	10	80	30	18	0	16
166	6	2	15	65	24	70	70	10	70	25	20	0	12

T A B L E A U I I I

-/-

Caractéristiques de la cellule	MBBA + EBBA + Nonanoate de CH. P = 4,4 µm d = 6 µm												
Caractéristiques de la mesure							Résultats de l'écriture			Diffusion au cours de l'écriture			Temps d'adressage T
f_s (HZ)	T_a (m.sec)	N	V_o (volts)	V_m (volts)	θ° (C)		D_2 %	D'_2 %	D_1 %	D^*_2 %	D^*_1 %	D^*_0 %	T_b (sec)	$T = NT_a \times 10^3 + T_b$
100	10	1	6	45	25		85	50	9	85	58	18	0	10 sec
100	10	1	6	46	25		85	70	15	85	60	20	0	10 sec
100	10	2	6	39	26		88	88	10	90	50	20	0	20 sec
125	8	2	7	42	26		90	80	12	92	43	20	0	16 sec

T A B L E A U I V

-/-

Caractéristique de la cellule	MBBA + EBBA + Chlorure de CH. P = 3,3 µm d = 6 µm

Caractéristique de la mesure						Résultats de l'écriture			Diffusion au cours de l'écriture			Temps d'adressage	
f_s (HZ)	T_a (m.sec)	N	V_o (volts)	V_m (volts)	θ° (C)	D_2 (%)	D'_2 (%)	D_1 (%)	D^*_2 (%)	D^*_1 (%)	D^*_0 (%)	T_b (sec)	$T = NT_a 10^3 + T_b$ (sec)
100	10	1	6	64	25	70	70	10	70	70	18	5	15
100	10	2	6	60	25	75	75	10	70	40	16	5	25
125	8	1	7	75	25	70	70	10	70	70	20	1	9
125	8	2	9	59	25,5	75	75	10	70	70	30	3	19
166	6	2	9	73	26	75	75	10	80	30	20	3	15
166	10	1	9	79	26	80	70	15	80	60	20	5	15
166	10	1	15	79	22,5	80	70	10	85	60	20	1	11
250	4	5	20	90	29	65	65	5	65	10	10	0	20
250	10	1	14	68	30,5	58	58	5	80	20	20	0	10
250	10	2	14	56	30,5	65	65	5	80	20	20	0	20

VI.5.2. - Résultats expérimentaux numériques

Nos mesures ont été prises sur des mélanges cholestériques et nématiques dont les concentrations en cholestérique sont comprises entre 5 et 10 % ; notre choix est basé sur les résultats obtenus dans le chapitre V, de telle sorte que le rapport d/p entre l'épaisseur et le pas soit compris entre 1 et 3 environ.

Les mesures effectuées sont nombreuses, nous nous sommes donc bornés à présenter quelques résultats importants méritant d'être mentionnés.

Les tableaux de I à IV comportent les éléments suivants :

- les caractéristiques de la cellule, c'est-à-dire la composition du mélange, le pas de l'hélice (P) et l'épaisseur de la cellule (d)

- les caractéristiques de la mesure :

  f_c est la fréquence du signal de commande ; t_a est la durée d'excitation ; N est le nombre d'impulsions répétées ; V_o est la tension appliquée sur les colonnes ; V_m est la tension centrale appliquée sur les lignes ; θ est la température.

- les résultats de l'écriture :

  D_2 est le niveau de diffusion statique qui résulte de l'application de la tension de commande $V_2 = V_m + V_o$, D_1 est le niveau de diffusion statique qui résulte de l'application de la tension de commande $V_1 = V_m - V_o$, D'_2 est le niveau de diffusion statique qui résulte de l'application de la tension V_2 pour les éléments de la dernière ligne.

- la diffusion au cours de l'écriture, c'est-à-dire pendant l'application de la tension V_o : D^*_o représente le niveau de diffusion qui résulte de la tension V_o ; D^*_1 est le niveau de diffusion après une impulsion de tension V_1, et D^*_2 après une impulsion de tension V_2

- le temps d'adressage est la somme du temps de balayage qui est égale à $N\, t_a 10^3$ pour N impulsions de durée t_a sur 10^3 lignes, et de temps t_c pendant lequel on maintient la tension V_o après la fin de l'adressage lorsque c'est nécessaire pour obtenir un niveau de diffusion uniforme sur toutes les lignes.

A l'aide des tableaux I, II, III et IV, nous déduisons les résultats importants suivants :

- Après avoir essayé plusieurs produits cholestériques en mélange avec le même matériau nématique pour avoir un effet mémoire stable, nous avons remarqué que le Nonanoate de cholestérol a été le plus favorable.

- Nous avons constaté que le taux de cholestérique optimal pour obtenir l'effet mémoire est compris entre 5 % et 8 %, ce qui correspond aux pas compris entre 2 µm et 5 µm.

- Nous pouvons remarquer que nous avons toujours obtenu des temps d'excitation t_a (temps d'adressage d'une ligne) égaux ou inférieurs à 10 ms. Ceci montre que les mélanges cholestériques-nématiques peuvent présenter une rapidité élevée d'excitation ; le temps de montée, pour une tension donnée, passe par un optimum pour une concentration de l'ordre 5 à 8 % et un pas de l'ordre de 5 µm, comme on peut le voir sur la figure VI.13.A et sur les tableaux de résultats de mesures : I, II, III et IV.

- la tension V_o, qui représente en fait la tension appliquée sur les colonnes, doit être limitée à une valeur proche du seuil de diffusion dynamique pour ne pas atteindre l'effet mémoire ; cette tension est toujours inférieure à 20 volts.

- Nous voyons que les tensions de commande appliquées sur les lignes V_m sont en général inférieures à 90 volts.

- Le contraste entre les deux états excité, et non excité, peut atteindre des valeurs suffisamment élevées ; si on le caractérise par la différence $D_2 - D_1$ des niveaux de diffusion (en éliminant les cas où la diffusion D'_2 des dernières lignes est différente de D_2), on voit que cette différence peut atteindre et même dépasser 70 %.

- Nous déduisons enfin de nos mesures qu'une matrice comportant 10^3 lignes, pourrait être adressée en un temps égal ou inférieur à 10 secondes.

Ces résultats importants montrent expérimentalement la faisabilité d'un écran matriciel de visualisation à cristal liquide commandé électriquement.

VI.6. - La réalisation de la maquette finale

L'écran à cristaux liquides projeté doit être utilisé en même temps qu'un visiophone et il utilisera le même canal de transmission. La reproduction d'un document nécessite une quantité d'information égale à 10^6 éléments binaires environ.

Pour atteindre ce but nous avons envisagé trois modes d'utilisations :

- interrompre la transmission de l'image visiophonique pour la remplacer par l'image du document, qui est alors répétée à une cadence définie par la rémanence de l'écran et par la vitesse d'affichage.

- interrompre la transmission de l'image visiophonique uniquement pendant la durée nécessaire à la transmission et l'affichage du document, l'écran devant alors être choisi à mémoire, c'est-à-dire qu'il conserve l'image jusqu'à ce qu'on lui applique un signal d'effacement.

- transmettre le document pendant le retour de balayage trame, ce qui nécessite une dizaine de secondes, mais permet de disposer des deux images simultanément.

Le premier système envisagé était du type 1, c'est-à-dire avec répétition de la transmission et de l'adressage de l'écran ; la fréquence maximum de répétition compatible avec un canal de transmission à 2 Meb/s est de 2 Hz ; il faut donc pour éviter le papillottement que la durée de rémanence soit supérieure à l'intervalle entre deux adressages successifs. Si l'adressage se fait ligne par ligne, le rapport entre le temps de rémanence et le temps de montée doit être supérieur au nombre de lignes, soit environ 10^3. Les essais effectués sur la phase nématique ont montré qu'il est très difficile d'obtenir un rapport suffisant et que les tensions nécessaires étaient trop élevées pour que l'influence des impulsions parasites puisse être évitées. Ajoutons que l'adressage matriciel suivant ce principe nécessite également un seuil de tension très abrupt et la fixation précise des différents paramètres.

Cette première solution a été abandonnée et les études se sont portées ensuite vers les systèmes à mémoire utilisant un adressage du type 2 ou du type 3, qui permettent de surmonter ces difficultés. L'effet des impulsions parasites n'est pas cumulatif comme dans le type 1, et la dimension de la matrice n'est donc limitée que par la durée maximum d'inscription que l'on se fixe et par la complexité du système d'adressage.

Les études précédentes sur les nématiques (sans mémoire) ont cependant permis de mettre au point les méthodes de réalisation des cellules et de mesures de leurs caractéristiques.

Les résultats numériques que nous avons présentés au paragraphe (VI.5.2) montrent qu'il est possible d'adresser un élément matriciel ou une ligne matricielle en un temps de l'ordre d'une dizaine de millisecondes permettant l'adressage total de l'écran en une dizaine de secondes. Ces résultats montrent également que la différence de niveau de diffusion entre un point excité et un point non excité peut atteindre une valeur supérieure à 50 % permettant d'obtenir un bon contraste même dans une ambiance très lumineuse. Nous avons constaté par ailleurs que pour obtenir un contraste donné et pour une même durée totale d'inscription, il est préférable d'appliquer plusieurs impulsions brèves espacées plutôt qu'une seule plus longue, c'est-à-dire de répéter 2 ou 3 fois la transmission ; un avantage supplémentaire est la compensation partielle du bruit et des erreurs de transmission.

L'amplitude des impulsions de commande est, en général, comprise dans une gamme de 50 à 90 volts, suivant la fréquence et la durée d'excitation, et éventuellement suivant le nombre de répétitions de ces impulsions.

Par ailleurs, l'effacement se fait par application des tensions alternatives d'une fréquence élevée, de quelques kHz, pendant une durée de l'ordre d'une seconde.

Ce résultat est donc en bon accord avec notre objectif, et il nous a donc permis de réaliser une maquette de petites dimensions, dont les éléments présentent les mêmes caractéristiques que ceux d'un grand écran contenant 1000 lignes et 1000 colonnes. La maquette est constituée de deux parties fondamentales : un dispositif matriciel à cristal liquide comportant 16 lignes et 16 colonnes, et un système électronique de commande.

VI.6.1. - Dispositif matriciel à cristal liquide

Pour la réalisation de l'écran dont les caractéristiques ont été détaillées précédemment, nous pouvons envisager deux types d'écrans possibles :

- le premier écran est à vision directe, c'est-à-dire qu'il permet d'observer directement l'image transmise, sans aucun intermédiaire externe.

Ses caractéristiques seraient les suivantes :

Le pas entre les électrodes serait de 250 µm, soit une résolution de 4 points par millimètre. Pour 1000 lignes, l'écran aurait donc 25 centimètres de côté.

- le deuxième écran est un dispositif de projection ; l'image inscrite sur la matrice à cristaux liquides est projetée sur un écran à l'aide d'un système optique. La dimension de l'image projetée peut être ou bien la même que dans le cas précédent, ou bien au contraire beaucoup plus grande. Le système optique peut d'autre part apporter une amélioration du contraste en arrêtant à l'aide d'un diaphragme approprié soit la lumière diffusée, soit la lumière transmise. Afin de diminuer l'encombrement, ainsi que l'ouverture de l'optique il serait sans doute préférable de réduire les dimensions de l'écran à cristaux liquides.

Afin d'éviter l'étude d'un système optique de projection, nous avons choisi pour notre maquette un dispositif du premier type, à vision directe ; cela ne signifie pas que ce mode d'utilisation soit préférable, mais seulement que le choix qui sera à faire ultérieurement sortait du cadre de la présente étude.

D'autre part, afin de pouvoir réaliser facilement cette maquette dans nos laboratoires, nous nous sommes limités à un dispositif matriciel comportant seulement 16 lignes et 16 colonnes ; le pas des électrodes est égal à 250 µm, c'est-à-dire 4 points par millimètre ; la surface d'un point matriciel est 150 x 150 µm. L'épaisseur de la couche de cristal liquide est de 6 µm. La figure (VI.24) montre la vue générale du dispositif.

Les plaquettes utilisées sont en verre dont l'épaisseur est de l'ordre de deux millimètres ; elles sont couvertes d'une couche très mince (moins d'1 µm) d'oxyde d'étain ; la gravure des électrodes se fait par attaque ionique, après avoir protégé les zones représentant les électrodes à l'aide d'un masque de résine photogravée.

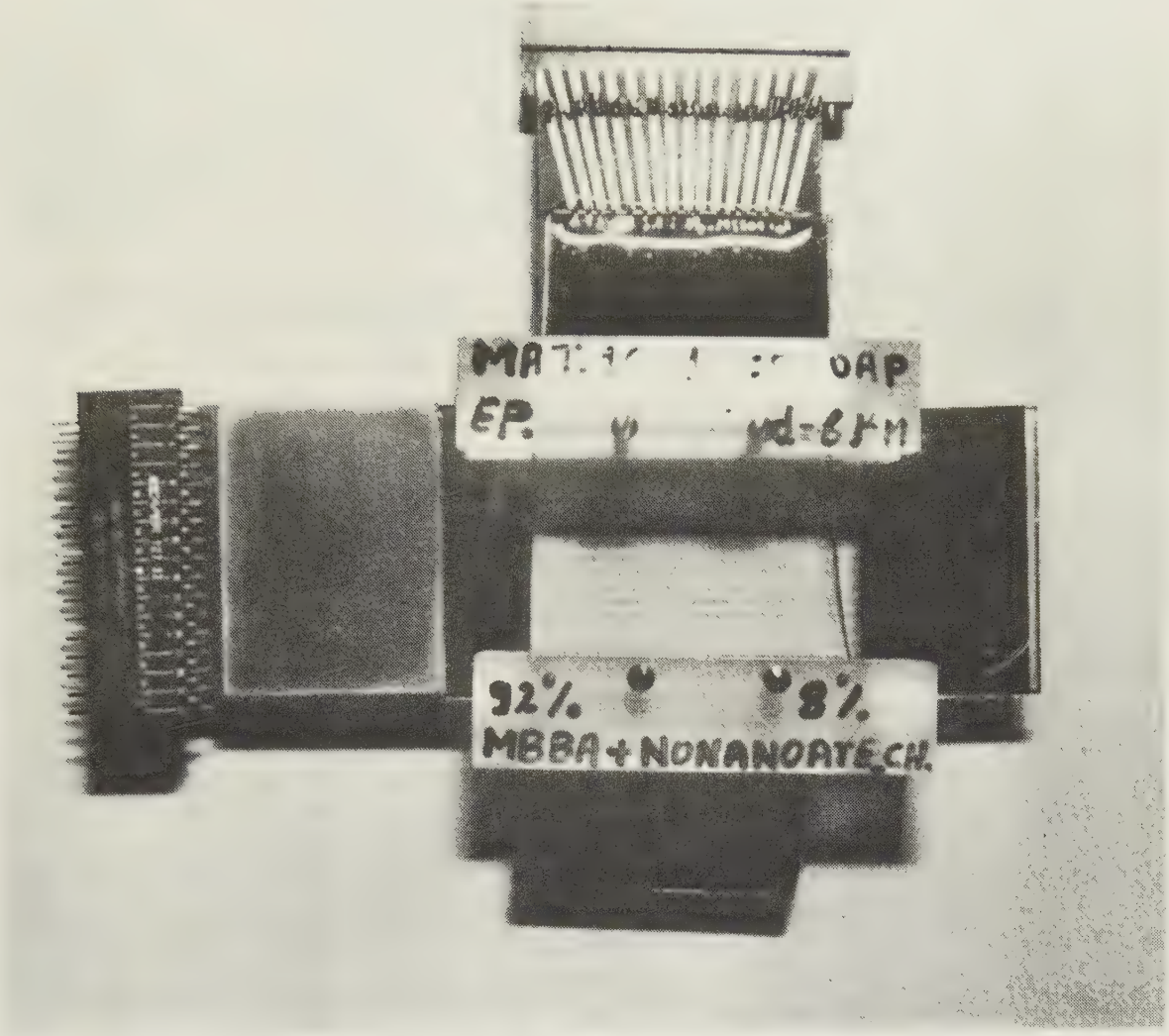


Fig. VI.24 : Dispositif matriciel à cristal liquide, comportant 16 lignes et 16 colonnes (256 points). Le pas est 250 µm ; 4 points par millimètre.

Le mélange utilisé est : MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol (8 %) dont le pas est : P = 4,4 um. L'épaisseur d = 6 um.

La photo représente l'état initial (non excité).

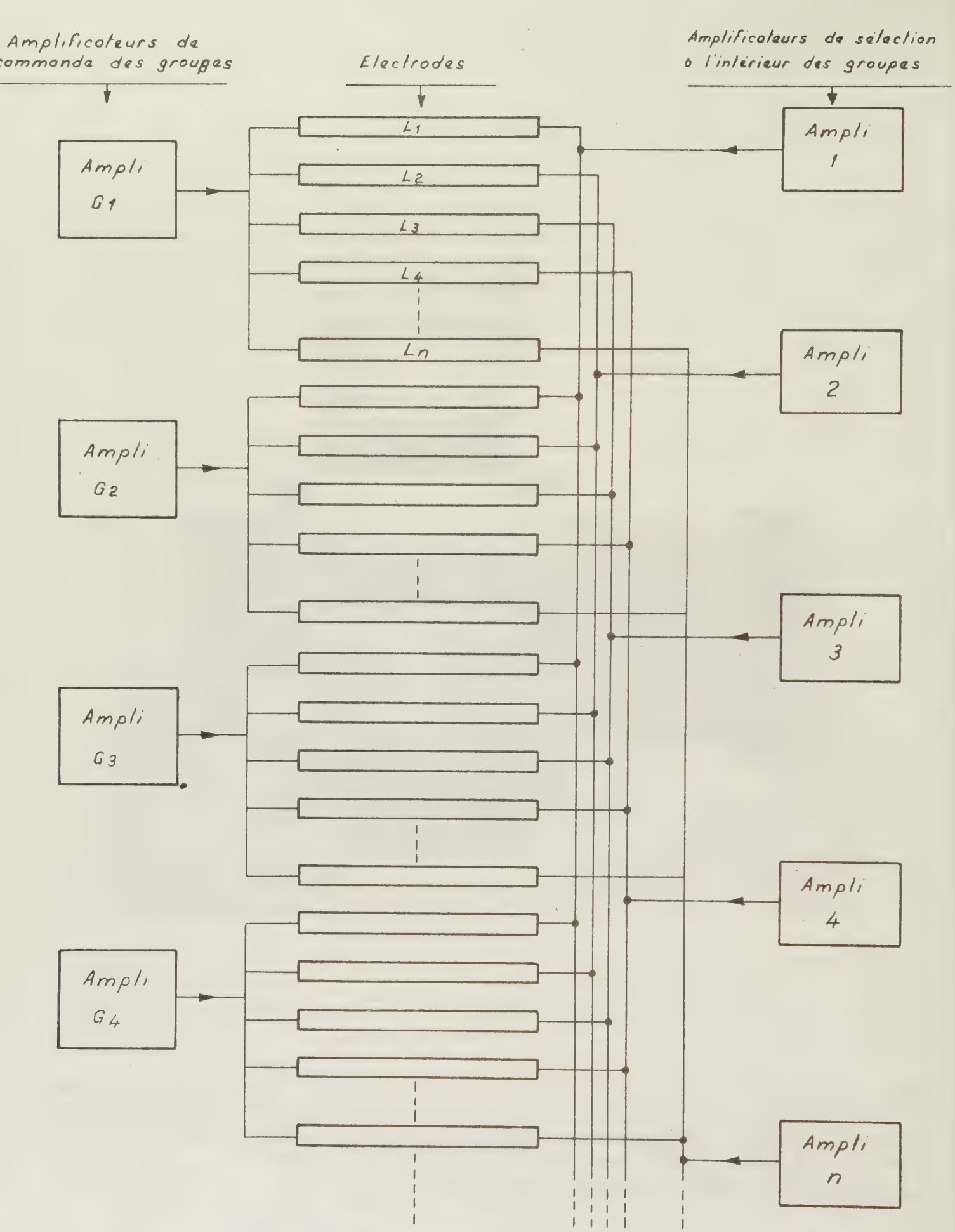


Fig. VI.25 : Schéma du système de multiplexage représentant les amplificateurs qui commutent les tensions de commande appliquées sur les électrodes. Ce système représente également le circuit d'interface entre la logique TTL et les hautes tensions alternatives à appliquer sur les lignes de l'écran.

On couvre ensuite les électrodes d'une couche de surfactant pour assurer l'alignement homéotrope des molécules, le long des parois. L'espacement entre les plaques de verre a été assuré par des cales de mylar. La fixation a été faite mécaniquement. Les connexions ont été réalisées à l'aide d'une machine à souder par ultra-sons, après avoir recouvert les extrémités des électrodes d'un dépôt métallique (nous avons utilisé l'Al).

VI.6.2. - Système électronique de commande

Le système électronique de commande que nous avons réalisé dans notre laboratoire devait simuler la commande d'un écran de plus grande dimension. Dans un tel écran, la partie la plus onéreuse est le système électronique de commande notamment la partie à haute tension, car les tensions de commande, qui sont de l'ordre de 70 volts, sont incompatibles avec les circuits intégrés classiques. Il est donc fort intéressant de diminuer le nombre des amplificateurs qui doivent commuter ces tensions. Ce résultat peut être obtenu au moyen d'un système de multiplexage ; la réduction du nombre des circuits d'interfaces, est d'autant plus importante que le nombre de lignes à commander est plus élevé.

Le principe du multiplexage est le suivant : les électrodes sont réparties en un certain nombre de groupes ; grâce à un système de diodes et de résistances, chaque électrode n'est mise sous tension que sous l'action simultanée de deux amplificateurs, l'un correspondant à son groupe et l'autre à la sélection à l'intérieur du groupe, toutes les électrodes de même numéro d'ordre dans les différents groupes étant reliées au même amplificateur (figure VI.25). On voit ainsi qu'avec 2 n amplificateurs, n pour les groupes et n pour la sélection à l'intérieur des groupes, on peut commander n^2 électrodes. Par exemple, pour n = 32, on voit qu'avec 64 amplificateurs on peut commander 1.024 électrodes. Il faut en plus, bien sûr des diodes et des résistances, mais on peut trouver ces composants intégrés à plusieurs dans un même boîtier. Ce système ne permet de commander qu'une électrode à la fois, mais c'est précisément ce qui est nécessaire pour les électrodes de ligne. Pour les électrodes des colonnes, ce n'est pas possible, puisqu'elles doivent être commandées simultanément, mais leurs tensions de commande sont plus faibles, compatibles avec l'utilisation de circuits intégrés.

Sur cette base, nous avons réalisé un système de commande capable d'exciter un écran matriciel comportant 16 lignes et 16 colonnes, l'adressage se fait ligne après ligne, tandis que les données (les informations) sont appliquées en parallèle sur les colonnes.

Dans ce système, les données, déterminant l'image affichée sur l'écran, sont fournies localement par l'intermédiaire d'un système de test constitué d'une matrice à diodes. En utilisation normale, les données arriveraient par l'intermédiaire de l'équipement de transmission, en provenance d'un système de prise de vue et d'émission.

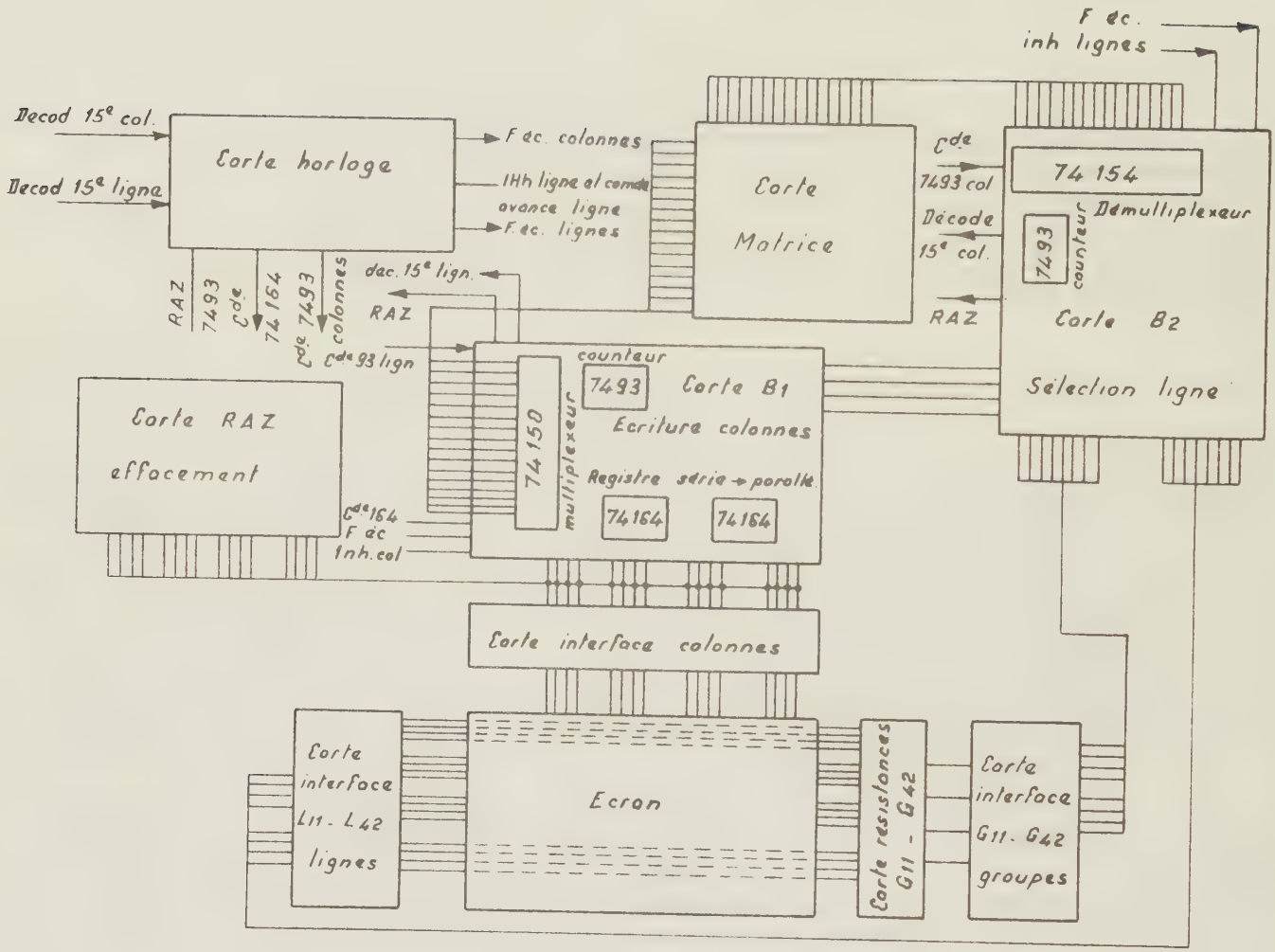


Fig. VI.26 : Système de commande pour exciter un écran matriciel comportant 16 lignes et 16 colonnes ; les données sont appliquées en parallèle sur les colonnes tandis que les tensions de commande sont appliquées sur les lignes.

F-éc : fréquence d'écriture

RAZ : remise à zéro

Cde : commande

Inh : inhibition

Le système réalisé comporte, comme le montre la figure VI.26 :

- Horloge : c'est un circuit permettant de fournir des signaux digitaux à basse fréquence à partir d'un générateur local ; les fréquences des signaux, que nous avons choisies, sont analogues à celles qui ont été utilisées au cours de nos mesures, allant de 100 HZ jusqu'à la fréquence critique f_c (fréquence de relaxation des charges). Nous avons pris donc les fréquences suivantes : 100, 125, 250 et 500 HZ ; les tensions de commande seront modulées par l'une de ces fréquences, que nous appellerons les fréquences d'écriture. Le circuit est équipé également d'un module de commande du balayage séquentiel, qui effectue également la remise à zéro après l'envoi de l'impulsion d'écriture sur la dernière ligne de l'écran.

- Sélection des lignes : c'est un circuit logique permettant d'écrire séquentiellement les 16 lignes de la matrice.

- Ecriture des colonnes : ce circuit est formé d'un registre série-parallèle qui reçoit les informations séquentielles correspondant aux différents points de la ligne en cours et permet ensuite de disposer de ces informations en parallèle au moment de l'inscription de cette ligne sur l'écran.

- Interface lignes : c'est un circuit d'interface entre la logique TTL et les hautes tensions alternatives à appliquer sur les lignes de l'écran à C.L.
Les lignes commandées sont réparties en quatre groupes (G_1 - G_2 - G_3 - G_4) de quatre lignes chacune (L_1 - L_2 - L_3 - L_4). Sur le G_i sélectionné on a une tension alternative et sur les autres une tension nulle. Sur les lignes L_i, les tensions alternatives sont en phase ou en opposition de phase avec celles du G_i sélectionné et avec les mêmes tensions et fréquences. On effectue un circuit "ET" entre les circuits G_i et L_i par l'intermédiaire de résistances (en sortie de G_i) et de diodes (sur les L_i).

La tension appliquée aux lignes est donc nulle sur celles où V_{Gi} et V_{Li} sont en opposition de phase. La tension est appliquée seulement sur la ligne où V_{Gi} et V_{Li} sont en phase. La figure (VI.25) montre le schéma du système de multiplexage ; dans ce système à 16 lignes on gagne seulement un facteur 2, mais nous avons vu que le gain serait beaucoup plus important pour un écran possèdant un grand nombre de lignes. Les tensions de commande de ligne sont variables et peuvent atteindre la valeur 60 volts maximum, pour le type de transistors que nous avons utilisé.

- Interface des colonnes : c'est un circuit d'interface entre les tensions logique TTL et les tensions alternatives plus élevées, fournies sous forme continue, réglable, qui sont appliquées sur les colonnes de l'écran à cristal liquide. Ces tensions peuvent être comprises entre 1 et 30 volts, et sont en général de l'ordre de 7 V.

- Effacement : c'est un circuit permettant de fournir des signaux de tension alternative à hautes fréquences (de l'ordre de quelques kilohertz), à partir d'un générateur local. Les signaux sont

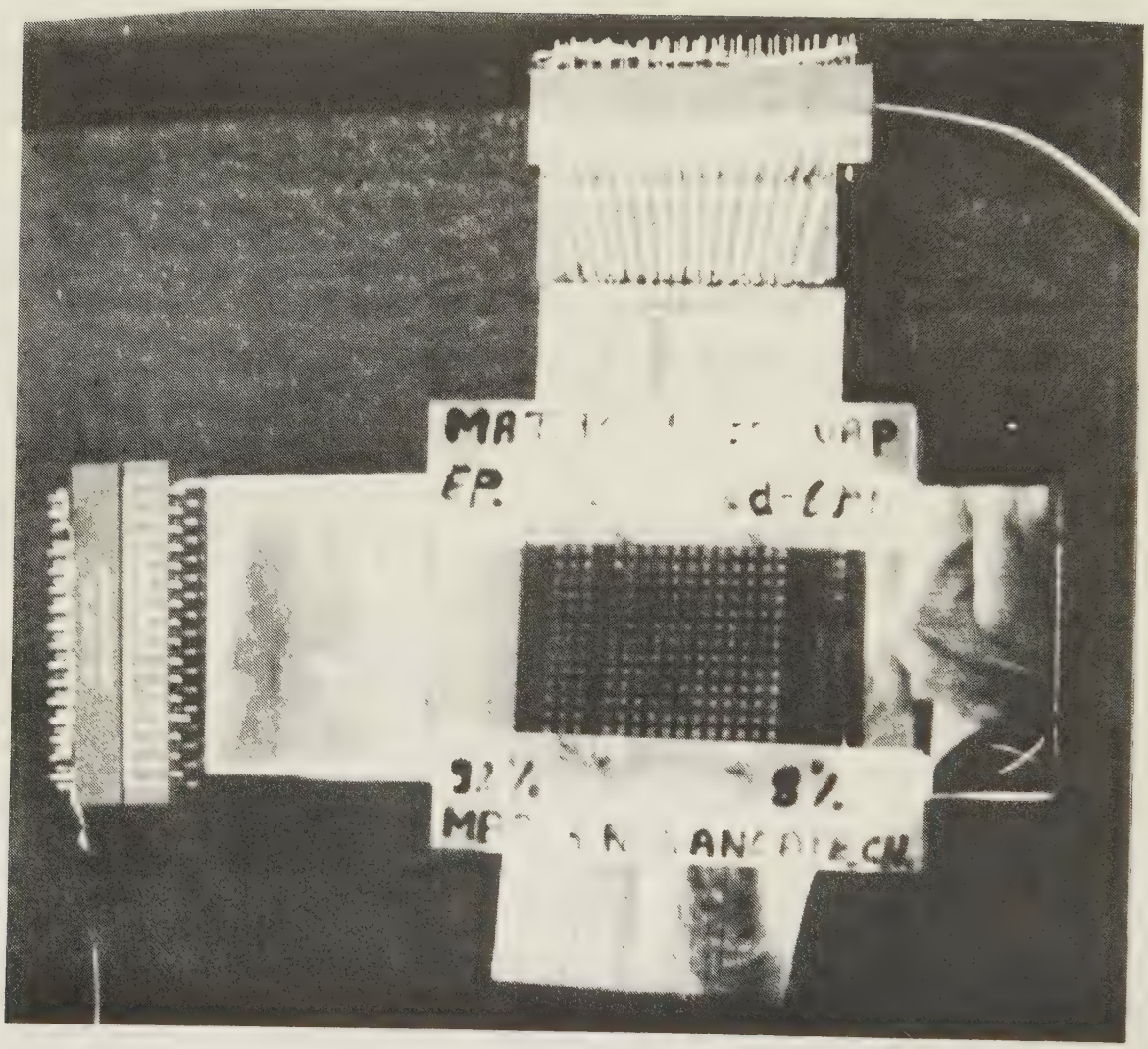


Fig. VI.27 : Le même dispositif (présenté dans la fig. VI.24). La photo ci-dessus représente l'état final, c'est-à-dire l'excitation ; l'inscription est effectuée à partir d'une tension de commande de l'ordre de 50 volts dont la fréquence est 50 HZ.

La quatrième colonne est éteinte en raison d'une coupure de l'électrode.

appliqués simultanément sur toutes les colonnes de l'écran à cristal liquide.

- matrice à diode : cette matrice ne fait pas partie du système de commande, mais sert à le tester ; c'est une matrice de diode 16 x 16 permettant de déterminer le caractère à visualiser sur l'écran à cristal liquide. La présence d'un diode à l'intersection d'une ligne et d'une colonne donne un niveau "zéro" lors de la lecture, l'absence de diode donne le niveau "1".

En fait, cette matrice à diode nous permet de tester notre écran matriciel localement, elle remplace donc le signal digital qui proviendrait de l'équipement de transmission.

A partir de ce système de commande, nous avons excité la cellule matricielle présentée dans la figure VI.24. Le commandement a été effectué sur tous les éléments de la matrice comme le montre la figure VI.27. La tension d'excitation est 50 volts et la fréquence est 100 HZ. L'épaisseur de la cellule est 6 µm. Le cristal liquide utilisé est le mélange MBBA + EBBA + Nonanoate de cholestérol, dont la concentration en cholestérique est 8 %. La structure microscopique de ce mélange au cas non excité (état initial) est un cholestérique basculé, c'est-à-dire, homéotrope le long des parois.

Les éléments matriciels excités, qui sont présentés dans la figure VI.27, restent en état de diffusion même après le balayage total de la matrice (effet mémoire).

Les deux figures VI.24 et VI.27 représentent donc les deux états excité et non excité de la maquette finale.

VI.7 - En conclusion :

Nous avons enfin réalisé une maquette de faisabilité, présentant un nombre d'éléments limité (16 lignes et 16 colonnes) par rapport à l'objectif final, mais dont les caractéristiques sont identiques; en particulier les signaux d'adressage sont les mêmes que ceux d'un écran de dimensions plus grandes ; de même le système électronique de commande a été conçu pour être facilement extensible à la commande d'un grand nombre d'électrodes.

- Si l'on compare les performances de cet écran avec celles des autres écrans à cristaux liquides à mémoire, on constate qu'il est beaucoup plus rapide que les écrans existants, et qu'il permet de gagner un facteur de l'ordre de 10 à 20 sur le temps d'adressage. Ceci est très important dans le cas d'un écran possédant un grand nombre de points et devant être adressé par un balayage de tout l'écran analogue à celui d'une image de T.V.

- Le temps d'adressage pour un écran de 1000 lignes serait dans notre cas inférieur à 10 secondes, contre deux à trois minutes pour les autres écrans connus.

- Ce type d'écran paraît entièrement intéressant pour certaines applications, en particulier en raison de sa mémoire inhérente, de la haute définition possible de l'image, et de la possibilité de projection sur écran.

- Le coût de l'écran est assez faible, la partie onéreuse étant le système électronique de commande ; cependant le système de multiplexage que nous avons utilisé permet d'en réduire la complexité, et on peut d'autre part s'attendre à l'avenir à la possibilité des progrès rapides des composants électroniques.

En conclusion, notre étude a permis d'atteindre l'objectif fixé et de démontrer à l'aide de cette maquette de dimension réduite, la faisabilité d'un écran à résolution élevée présentant des performances nécessaires pour un certain nombre d'applications, et elle a montré l'intérêt de la poursuite de ce programme.

CHAPITRE VII

-/-

CONCLUSION GENERALE

-/-/-

VII. - CONCLUSION GENERALE

Les cristaux liquides possèdent des propriétés intéressantes, utilisables dans le domaine de la visualisation. Sachant que les écrans à cristaux liquides présentent un certain nombre d'avantages par rapport aux autres types d'écrans, nous avons entrepris l'étude de leur utilisation dans un écran à adressage matriciel pouvant comporter un grand nombre d'éléments, de l'ordre de 10^6.

La réalisation dépend nécessairement d'un effet électro-optique résultant de la modification, à l'aide d'un champ électrique, du milieu que traverse la lumière, ce qui permet sa modulation.

Nos travaux peuvent être découpés en trois parties fondamentales :

I - étude générale des phénomènes électro-optiques dans les nématiques et les mélanges cholestériques-nématiques.

II - mesures et optimisation des paramètres importants pour l'application envisagée.

III - maquette de faisabilité

I - Dans la première partie nous avons pu montrer les déformations des phases nématiques et cholestériques imposées par les conditions aux limites et par la présence du champ électrique.

- Dans le cas du nématique pur, nous avons obtenu les déformations qui avaient été observées par d'autres auteurs dans les différents régimes ; en partant d'une structure homéotrope par exemple nous observons en présence du champ électrique deux régimes : l'un est diélectrique, lié à l'anisotropie diélectrique négative des cristaux liquides utilisés ; on observe au seuil optique la réorientation des axes moléculaires aboutissant à structure planaire ; l'autre, pour un champ plus élevé, est lié à l'effet hydrodynamique ; on observe au seuil optique l'apparition de striations de Williams à basse fréquence $f < f_c$ et la structure en chevrons à haute fréquence $f > f_c$ où f_c est la fréquence de relaxation des charges. Au delà du seuil optique, nous avons observé l'état turbulent caractéristique de la diffusion dynamique.

- Dans le cas de mélanges de cholestériques et de nématiques, les déformations obtenues sous l'effet du champ électrique sont nombreuses et complexes ; elles sont dues également aux deux effets différents, l'un lié à l'anisotropie diélectrique négative, et l'autre au mouvement des charges électriques. Dans les deux cas, nous avons observé des seuils optiques pour lesquels les structures initiales se déforment ; la valeur de la tension électrique au seuil varie suivant la fréquence et suivant la valeur du rapport d/p entre l'épaisseur et le pas.

En partant d'une structure planaire dont l'axe hélicoïdal est normal aux parois et parallèle au champ appliqué, nous avons obtenu les déformations déjà observées par d'autres auteurs notamment par le groupe d'Orsay ; sous l'effet d'un champ à basse fréquence $f < f_c$, nous avons observé au seuil optique un réseau carré bidimentionnel ;

en augmentant le champ cette déformation est suivie par une structure en spirales ; d'après Rondelez , ces spirales sont dues au basculement de l'axe hélicoïdal dans des directions parallèles aux parois et ce basculement, serait à l'origine de l'effet mémoire. A haute fréquence $f > f_c$ et haute tension, dans le régime dit diélectrique, la déformation est formée également d'un réseau carré dont la période spaciale est beaucoup plus faible. Aucune interprétation complète n'a été fournie jusqu'à présent pour cette dernière déformation.

Pour un mélange cholestérique-nématique soumis aux contraintes imposées par un surfactant induisant d'alignement homéotrope le long des parois, nous avons montré que la structure initiale, en l'absence de champ dépend du rapport d/p entre l'épaisseur et le pas.

Dans une cellule en forme de coin dont l'épaisseur varie d'un côté à l'autre, on observe trois zones distinctes :

Au dessous d'une certaine valeur du rapport d/p, qui est de l'ordre de l'unité, l'influence des parois est prépondérante et la seule configuration stable est la structure nématique homéotrope. Pour un rapport d/p de l'ordre de l'unité ou un peu plus élevé la déformation devient brusquement une structure filaments parallèles et périodiques ; la période est pratiquement indépendante de l'épaisseur, sauf dans la région proche de la zone homéotrope, où les filaments divergent légèrement. Pour un rapport d/p très supérieur à un, la déformation devient très complexe et la structure obtenue ressemble à la structure en coniques-focales.

Il n'est pas possible de donner une description simple des structures périodiques obtenues dans cette configuration, car les conditions aux limites sont incompatibles avec la disposition naturelle des cholestériques en hélice régulière. Les équations différentielles couplées auxquelles aboutissent les calculs théoriques sont trop complexes pour que l'on puisse leur trouver une solution analytique. Cependant des solutions numériques ont été obtenues sur ordinateur moyennant quelques hypothèses simplicatrices ; il semble donc vraisemblable qu'il s'agisse d'une structure périodique continue bidimentionnelle, présentant une certaine torsion, mais sans hélice d'axe parallèle aux parois qui engendrerait une discontinuité à chaque demi-pas.

Lorsqu'on applique un champ électrique, perpendiculaire aux parois, nous avons signalé précédemment que les déformations produites sont liées aux deux mécanismes différents :

1 - Dans le premier mécanisme, la déformation obtenue est une structure planaire ; elle résulte de l'action du champ électrique, de fréquence élevée $f > f_c$, sur l'anisotropie diélectrique négative du cristal, de telle sorte que les axes moléculaires se basculent dans le sens normal au champ appliqué. Ce mécanisme a été utilisé pour l'effacement de l'effet mémoire.

2 - Dans le deuxième mécanisme, l'aspect de la déformation dépend de la fréquence d'excitation f selon qu'elle est inférieure ou supérieure à la fréquence de relaxation des charges f_c.

- Lorsque $f < f_c$, nous avons montré les déformations suivantes :

  a - l'apparition de striations de Williams, lorsque le rapport d/p inférieur à un, comme dans le cas des nématiques purs.

  b - l'obtention d'une structure ramifiée, lorsque $d/p \simeq 1$.

  c - l'apparition de la structure spiralée, lorsque $d/p > 1$.

- Lorsque $f > f_c$, nous avons montré deux types de déformations selon la valeur de la fréquence f par rapport à une certaine fréquence caractéristique f_o, qui est telle que la différence $f_o - f_c$ est proportionnelle au pas p :

  a - la déformation présente une structure en filaments non rectilignes, lorsque $d/p > 1$ et $f_c < f < f_o$.

  b - l'apparition d'un réseau périodique hexagonal lorsque $f > f_o$.

  c - au delà du seuil optique, la déformation devient turbulente, représentant l'instabilité induite par le mouvement hydrodynamique.

La déformation obtenue à haute fréquence n'a pas encore reçu d'interprétation complète ; le calcul des effets non linéaires étant très complexe.

Nous terminons cette partie en donnant un certain nombre de précisions sur le mécanisme de l'effet mémoire découvert par Heilemier et interprété récemment par Rondelez comme le basculement de l'axe hélicoïdal dans un plan parallèle aux parois. En fait, la déformation obtenue dans ce cas ne conduit pas à un état stable, et il y a retour plus ou moins lent vers la structure planaire initiale, après la suppression du champ ; le temps de retour à l'équilibre dépend du rapport d/p, mais dans tous les cas on peut dire qu'il s'agit d'une rémanence longue plutôt que d'un effet mémoire.

Dans notre travail, nous avons observé, que pour obtenir l'effet de mémoire proprement dit, c'est-à-dire un état stable ou métastable, il est nécessaire d'appliquer des tensions plus élevées aboutissant à la destruction des structures obtenues au seuil : ramifiée ou spiralée, afin d'atteindre et de pénétrer dans les domaines de la diffusion dynamique ; la suppression du champ nous permet d'observer, à l'échelle microscopique, deux types de déformations, respectivement une structure hexagonale ou une structure désordonnée. Les deux structures sont stables de façon durable, pendant un temps qui dépasse notre durée d'observation, de l'ordre de quelques semaines ou dans certains cas quelques mois. Nous avons désigné cet effet par le terme de "diffusion-statique". Le niveau de diffusion-statique est légèrement inférieur à celui de la diffusion dynamique en présence du champ.

II - Dans la deuxième partie, nous pouvons conclure grâce à nos résultats expérimentaux par les points suivants :

1 - Nos mesures effectuées sur la phase nématique pure montrent qu'il est difficile d'obtenir un temps de réponse convenable ; il est possible d'atteindre un temps de montée de l'ordre de la milliseconde, mais il faut pour cela une tension électrique élevée (>100 volts), il n'a pas été possible d'obtenir simultanément un temps de descente suffisamment long (plus de 1000 fois de temps de montée, donc de quelques secondes au moins). Par ailleurs, il semble très difficile d'éliminer l'effet des impulsions parasites inhérent à la technique de commande matriciel. Nous avons donc éliminé cette solution qui semble inadaptée à nos objectifs.

2 - Nos mesures sur la phase cholestérique planaire n'ont pas été très détaillées mais nous avons pu en déduire que l'effet mémoire est moins stable que dans la structure basculée, et en particulier dans les cellules de faible épaisseur (6 μ), nous avons observé un effet de rémanence longue (quelques secondes à quelques dizaines de secondes) au lieu d'un effet mémoire, proprement dit. Par contre, dans le cas d'un mélange cholestérique-nématique à alignement homéotrope le long des parois, nous avons pu obtenir un effet mémoire stable pendant une durée supérieure à celle de nos observations, donc au moins pendant quelques semaines et parfois quelques mois.

3 - Nous avons montré que le temps de montée est plus court que dans d'autres configurations, sous les mêmes conditions, et que ce temps atteint ses valeurs optimales pour des rapports d/p compris entre 1 et 3. En choisissant convenablement les concentrations, la stabilité de l'état de diffusion statique était telle qu'il ne nous a pas été possible de mettre en évidence un retour à l'état initial, pour une durée d'observation variant de quelques semaines à quelques mois.

4 - Nous avons montré que le niveau de diffusion-statique atteint ses valeurs optimales lorsque le rapport d/p est compris entre 1 et 3.

Il est facile d'effacer la déformation à l'aide d'un champ électrique à haute fréquence (supérieure à f_c, soit quelques KHZ par exemple) ; le temps d'effacement est inversement proportionnel au carré de la tension. Le niveau de diffusion-statique dépend de la tension d'excitation et suit une loi de la forme :

$$D = D_o \left(1 - \exp a \, (V_o - V) \right)$$

où D_o est la diffusion maximum, V_o est la tension critique au-dessous de laquelle la diffusion-statique est nulle.

5 - Nous avons montré que le niveau de diffusion-statique augmente par paliers successifs si l'on applique un certain nombre d'impulsions répétées ; ce phénomène est important car il peut éventuellement permettre de diminuer la valeur de la tension d'excitation ou sa durée.

6 - Nous avons montré également que la diffusion-statique peut être obtenue pour un temps d'excitation de l'ordre de quelques millisecondes, et que l'amplitude de l'impulsion d'excitation nécessaire dépend linéairement de l'inverse de la durée d'excitation.

III - Dans la troisième partie, nous avons caractérisé le mode d'adressage matriciel par coïncidence d'impulsions électriques sur les électrodes de ligne et de colonne, de telle sorte que chaque élément est soumis aux tensions suivantes ; une tension $\pm V_o$ pendant l'adressage des autres lignes, précédent ou suivant la sienne ; une impulsion de tension $V_1 = V_m - V_o$ s'il doit rester non excité, ou $V_2 = V_m + V_o$ s'il doit être excité pendant l'adressage de sa ligne, où V_m est la tension des impulsions appliquées sur les lignes, et V_o celles des colonnes.

Nos mesures montrent la possibilité d'avoir un contraste suffisant entre deux éléments respectivement excité et non excité, en utilisant une tension V_m de l'ordre de 70 volts et une tension V_o de l'ordre de 10 volts.

Nous avons pu réaliser un dispositif matriciel constitué de 16 x 16 éléments dont la résolution est de 4 points par millimètre et dont la surface de chaque élément est de 150 x 150 µm. L'épaisseur de cristal liquide est de l'ordre de 6 µm. Ce dispositif constitue une maquette dont les caractéristiques et les signaux d'adressage sont les mêmes que ceux de l'écran projeté de 10^6 points.

Enfin nous avons commandé cette matrice par un système électronique réalisé dans notre laboratoire, permettant d'assurer le mode de balayage ligne par ligne. Ce système est conçu pour être facilement extensible à la commande d'un écran matriciel à grand nombre d'éléments (10^6).

Pour conclure, nous pouvons dire que notre travail atteint son but en montrant la faisabilité de la réalisation d'un écran matriciel comportant un grand nombre d'éléments, utilisant des mélanges cholestérique-nématique présentant un effet mémoire.

BIBLIOGRAPHIE

-/-/-

1 Friedrich Rönitzer
Monatsh chem., 9, 421, (1888)

2 O. Lehmann
Z. physik chem. (Leipzig) 4, 462, (1889)

3 G. Friedel
Ann. de phys., 9e Sie, 18, 273 (1922)

4 F. Grandjean
Compt. Rend. 172, 71 (1921)

5 G. W. Gray
"Nolcular structure and the properties of liquid cristals".
Academic Press, London and N.Y (1962)

6 G. Heilmeier, L.A. Zanoni, L.A. Barton.
Zpplied physics letters, 13, 46, (1968)

7 G. Heilmeier, Y.E. Goldmacher
Proceedings of the IEEE, 57, 34, (1969)

8 S. Chandrasekhar, D. Krishnamurti
Phys. Lett., 23, 459 (1966)

9 W.H. Dejeu TW Lathouwers
Mol. Cryst. and liq. cryst., 26, 225, (1973)

10 D. Diguet F. Rondelez et G. Durant
C.R. Acad. Sci., Paris 271B, 954, (1970)

11 Frank F.C.
Disc. Faraday Soc., 25, 19, (1958)

12 R. Williams
J. Chem. 39, 384, (1963).

13 G.H. Heilmeier, L.A. Zanoni and L.A. Barton
Proceedings of the IEEE, 56, 1162, (1968)

14 E.F Carr
Mol. Cryst. and liq. cryst. 7, 253, (1969)

15 W. Helfrich
J. Chem. Phys. 51, 4092, (1969)

16 E. Dubois-Violette. P.G. de gennes and O. Parodi
Le journal de physique, 32, 305 (1971).

17 H. Deuling
Mol. Cryst. and liq. cryst. 19, 123, (1972).

18 Gruler. H., Scheffer T.J., Meier, G.
Z. Naturforsch, 27 a, 966,(1972)

19 Meier, Sackman, Grabmaier
Application of L.C., (1975)

20 G. Assouline, M. Hareng et E. Leiba
Electron lett., 8, 45,(1972)
Electron lett., 7, 699,(1971)
Mol. Cryst., liq. Cryst., 17, 361, (1972)
Proc. IEEE, 60, 913, (1972)

21 T. Nakagiri
Phys. lett., 36 A, 427 ,(1971)

22 M. Schedt, W. Helfrich
SID, Digest. of technical papers. Vol. II. May 4.5.6 (1971)

23 F. Rondelez et J.P. Hulin
Solid state com., 10, 1009, (1972)
C.J. Gerristsma, P. Vanganten
Mol. cryst. and liq. crystal, 15,257, (1971).

24 W. Helfrich
Appl. phys. lett., 17, 531, (1970)

25 J.P. Hurault
J. Chem. phys., 59, 2068, (1973)

26 H. Hervet, J.P. Hurault et F. Rondelez
Phys. Review, 8, 3055, (1973)

27 R.B. Mayer
Appl. Phys. lett., 12, 281 (1968)

28 H. Baessler, T.M. Laronge and M.M. Labes
J. of. chem. phys., 51, 3213, (1969)

29 W. Hass, J. Adams et J. B. Plannery
Phys. Rev. Lett. 24, 577, (1970)

30 P.G. de Gennes
Solid State commun., 6, 163, (1968)

31 G. Durand, L. Leger, F. Rondelez, H. Veyssie
Phys. Rev. lett., 22, 227 (1969)

32 R.B. Meyer
Appl. phys. Lett., 14, 208, (1968)

33 E. Jakeman, E. Raysses
Phys. Lett., A. 39, 69 (1972)

34 F. Rondelez
Thèse Orsay (1973)

35 N. Felici
Revue générale d'électricité, 78, 727, (1969)
Direct Curent, 2, 147, (1972).

36 J.C. Filippini, J.P. Gosse, J.C. Lacroix, R. Tobezeon
C.R. Acad. SC. (Paris) 269 B, 136, (1969)

37 Helfrich
J. Chem. phys., 55, 839, (1971)

38 F. Rondelez et H. Arnould
phys. Rev. lett., 28, 2011 (1972)

39 Frederic. J. Kahn, Gary N. Taylor et Harold Schonhorn.
Proceeding of IEEE, 61, 823, (1973)

40 P. Chatelain
C.R. Acad. Sc. Paris, 213, 875, 1941
214, 32, 1942
Bull. Soc. Franç. Mineral, 60, 280, 1931

41 P. Chatelain
Bull. Soc. Franç. Mineral 66, 103, (1943)

42 D.W. Berreman
Phys. Rev. Lett., 28, 1683, (1972)

43 Frederic J. Kahn
Appl. Phys. Lett., 22, 386, (1973)

44 I. Haller
J. Chem. Phys. 57, 1400, (1972)

45 D.L. Fishel
J. Chem. Soc., 23, 1557, (1971)

46 U. Bonne and J.P. Cummings
IEEE Transactions on electron devices, ED-20,962, (1973).

47 Théoriquement par F. Brochard, P.G. De Gennes
J. Phys., 31, 691, (1970)
Pratiquement par R. Camo
C.R. Acad. Sc. Paris 253, 1815 (1961)

48 R.D. Ennulat
Mol. Cryst. and liq. cryst. 8, 247, (1969)

49 J. Wysocki, J. Adams et W. Haas
Mol. Crist., 8, 471, (1969)

50 M.J. Press et A.S. Arrott
Le Journal de physique 37, 387, (1976)

51 F. Rondelez et Arnould
C.R. Acad. Sc. Paris, série B, 273, 549, (1971)

52 Y. Bouligand
Le journal de physique 33, 715 (1972)

53 L. Haas and James E. Adams
Applied physics lett. 25, 535, (1974)

54 Y. Galerne, G. Durand and M. Veyssie
Physical Review, 6, 484 (1972)

55 Orsay Liquid Crystal group
Physical Review letters, 25, 1642, (1970)

56 Shoichi Kai, Kazero Yamaguchi et K. Hirasawa
Japanese Journal of applied physic, 14,1653, (1975)

57 G. Durand, M. Veyssie, F. Kondelez et L. Léger
C.R. Acad. Sc Paris, t. 270 B, 97, (1970)

58 G. Heilemier, W. Helfrich
Appl. Phys. lett., 16, 155 (1970).

59 Melamed and D. Rubin
Appl. Phys. lett., 16, 149, (1970)

60 H. Takata, O. Kogure et K. Murase
IEEE Transaction on electron devices. ED-20, 990 (1973)

61 J. Rauld
Thèse Orsay (1973)

62 Y. Bouligand
J. Phys., 30, C4, 90, (1969)

63 J.P. Hulin
Appl. Phys. lett., 21, 455, (1972).

CLUB DE LA PRESSE
39, rue Périer
B.P. 17
92122 MONTROUGE Cedex
☎ 253-60-05

CLUB DE LA PRESSE
39, rue Périer
B.P. 17
92122 MONTROUGE Cedex
☎ 253-60-05